

SÉRIE A, N° 3 430
N° D'ORDRE
4 302

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE : **DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

PAR

Bernard MIGAUD

Ingénieur E.S.P.C.I.
Licencié ès Sciences physiques

1^{re} THÈSE. —

{ Etude de la discontinuité à la limite élastique des
fers de haute pureté et contribution à l'étude des
phénomènes de précipitation par la mesure de la
résistivité électrique à basse température.

2^e THÈSE. —

{ Propositions données par la Faculté.

soutenues le 7 mai 1960 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON, *Président.*

J. BÉNARD }
J. FRIEDEL } *Examineurs*

MIGAUD (Bernard). — Etude de la discontinuité à la limite élastique des fers de haute pureté et contribution à l'étude des phénomènes de précipitation par la mesure de la résistivité électrique à basse température. — *Paris*, Ets Busson, impr., 1960. In-4°, 40 pages fig.

Thèse Doc. ès Sciences physiques, 1960
N° 4 302

MIGAUD (Bernard). — Etude de la discontinuité à la limite élastique des fers de haute pureté et contribution à l'étude des phénomènes de précipitation par la mesure de la résistivité électrique à basse température. — *Paris*, Ets Busson, impr., 1960. In-4°, 40 pages fig.

Thèse Doc. ès Sciences physiques, 1960
N° 4 302

MIGAUD (Bernard). — Etude de la discontinuité à la limite élastique des fers de haute pureté et contribution à l'étude des phénomènes de précipitation par la mesure de la résistivité électrique à basse température. — *Paris*, Ets Busson, impr., 1960. In-4°, 40 pages fig.

Thèse Doc. ès Sciences physiques, 1960
N° 4 302

MIGAUD (Bernard). — Etude de la discontinuité à la limite élastique des fers de haute pureté et contribution à l'étude des phénomènes de précipitation par la mesure de la résistivité électrique à basse température. — *Paris*, Ets Busson, impr., 1960. In-4°, 40 pages fig.

Thèse Doc. ès Sciences physiques, 1960
N° 4 302

Bernard MIGAUD

Ingenieur E.S.P.C.I.
Licencié ès Sciences physiques

1^{re} THÈSE. —

Etude de la discontinuité à la limite élastique des fers de haute pureté et contribution à l'étude des phénomènes de précipitation par la mesure de la résistivité électrique à basse température.

2^e THÈSE. —

Propositions données par la Faculté.

soutenues le 7 mai 1960 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON, *Président.*

J. BÉNARD
J. FRIEDEL } *Examineurs*



SÉRIE A, N° 3 430
N° D'ORDRE
4 302

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE : **DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

PAR

Bernard MIGAUD

Ingénieur E.S.P.C.I.
Licencié ès Sciences physiques

1^{re} THÈSE. —

Etude de la discontinuité à la limite élastique des
fers de haute pureté et contribution à l'étude des
phénomènes de précipitation par la mesure de la
résistivité électrique à basse température.

2^e THÈSE. —

Propositions données par la Faculté.

soutenues le 7 mai 1960 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON, *Président.*

J. BÉNARD } *Examineurs*
J. FRIEDEL }



FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

Doyen J. PÉRÈS

PROFESSEURS

G. Julia T Analyse supérieure et algèbre supér.
De Broglie T Théories physiques
Prenant T Anatomie et histol. comparées
Pérès T Mécanique des fluides et applications
Barrabe T Géologie structurale et géol. appliquée
Bourcart T Géographie physique et géol. dynamique
Plantefol T Botanique
Grassé T Evolution des êtres organisés
Prévost T Chimie organique
Bouligand T Application de l'analyse à la géométrie
Chaudron T Chimie appliquée
Wyart T Minéralogie
Teissier T Zoologie
Mangenot T Biologie végétale
P. Auger T Physique quantique et relativité
Monnier T Physiologie générale
Piveteau T Paléontologie
Rocard T Physique (E.N.S.)
H. Cartan T Mathématiques (E.N.S.)
Laffitte T Chimie générale
Favard T Géométrie supérieure
Coulomb T Physique du globe
Mlle Cousin T Biologie animale (S.P.C.N.)
Chrétien T Chimie minérale
P. Drach T Zoologie
Kastler T Physique (E.N.S.)
Ephrussi T Génétique
Wurmser T Biologie physico-chimique
Rivière T Géologie (S.P.C.N.) Orsay
Gautheret T Biologie végétale (P.C.B.)
Lucas T Recherches physiques
A. Thomas T Biologie cellulaire
Arnulf T Optique appliquée
M. Morand T Enseignement de physique
Soleillet T Physique (P.C.B.)
Fortier T Mécanique expérimentale des fluides
Danjon T Astronomie
Petit T Biologie maritime
Queney T Météorologie et dynamique atmosphérique
Gallien T Embryologie
Eichhorn T Biologie végétale (S.P.C.N.)
De Cugnac T Biologie végétale (S.P.C.N.)
Mlle Cauchois T Chimie physique
Thellier T Physique du globe
L'Héritier T Génétique
Grivet T Radioélectricité
Poncin T Mécanique générale
Dubreil T Arithmétique et théorie des nombres
Quelet T Chimie organique
Cagniard T Géophysique appliquée
Champetier T Chimie macromoléculaire
Cuvillier T Micropaléontologie
Jung T Pétrographie
Trillat T Microscopie et diffraction électronique
Wiemann T Chimie organique et structurale
Jacquinot T Spectroscopie et physique céleste
Vassy T Physique de l'atmosphère
Destouches T Théories physiques
M. Pruvost T Géologie
Amiel T Chimie générale
Hocart T Minéralogie
J.-P. Mathieu T Physique (option) (Orsay)
Couteaux T Biologie animale (P.C.B.)
May T Zoologie (Orsay)
Choquet T Théorie des fonctions et topologie
Feldmann T Biologie végétale marine
Guinier T Physique des solides
Jost T Physiologie comparée
Fortet T Calcul des probabilités et phys. math.
Schwartz T Calcul diff. et intégr.
Chouard T Physiologie végétale
Malavard T Aviation
Brelot T Calcul différentiel
Normant T Synthèse organique
Bénard T Chimie minérale
Buvat T Botanique (E.N.S.)
Dugué T Statistiques mathématiques
Geloso T Chimie (S.P.C.N.)
Soulairac T Psychophysologie
Ulrich T Physiologie végétale
Maréchal T Optique théorique et appliquée

Kirrmann T Théories chimiques
Chadefaud T Botanique
Mlle Le Breton T Physiologie générale
Salem T Mathématiques générales
Lelong T Mathématiques générales
Devillers T Anatomie et histologie comparées
Ehresmann T Topologie algébrique
Françon T Physique (S.P.C.N.)
Glangeaud T Géographie physique et géologie dynam.
Godement T Mathématiques (M.G.P.)
Pisot T Technique mathématique de la Physique
Roch E. T Géologie
Schatzmann T Astrophysique
Termier T Paléontologie stratigraphique
Zamansky T Mathématiques générales
Lennuier T Physique (M.G.P.)
Rizet T Génétique
Routhier T Géologie appliquée
Mme Tonnelat T Relativité
Dixmier T Mathématiques (M.P.C.)
Souhay T Chimie générale
Aigrain T Electrotechnique générale
Brusset T Chimie minérale
M. Lévy T Physique théorique des hautes énergies
Mme Chaix T Chimie biologique
Mme Hurel-Py T Biologie végétale (P.C.B.)
Piaux T Chimie (M.P.C.)
Brun T Mécanique expérimentale des fluides
Lederer T Chimie biologique
Mme Dubreil T Mathématiques
Mme Lelong T Mathématiques (E.N.S.)
Bellair T Géologie (S.P.C.N.)
Cotte T Physique (Orsay)
Dubois J.-E. T Chimie organique
Lamotte T Zoologie (E.N.S.)
Michel André T Chimie (S.P.C.N.)
Olmer T Energétique générale
Rouault T Physique générale
Gauthier T Mécanique appliquée
Barchewitz T Chimie physique
Brossel T Physique atomique
Buser T Physiologie comparée
Camus T Physiologie végétale (3^e cycle)
Castaing T Physique générale
Curien T Minéralogie et cristallographie
Moyse T Physiologie végétale (Orsay)
Pannetier T Chimie (S.P.C.N.)
Possompes T Zoologie
Pullmann T Chimie théorique
Teillac T Physique nucléaire et radioactivité
Tonnelat T Biologie physico-chimique
Ville T Econométrie
Willemart T Chimie (P.C.B.)
Dodé T Chimie (S.P.C.N.) (Orsay)
Freyman T Physique générale
Guinochet T Biologie végétale (Orsay)
Rollet T Chimie (P.C.B.)
Mlle Josien T Chimie (P.C.B.)
Chevalley T Géométrie algèbr. et théorie des groupes
Arnoult T Electronique
Chapelle T Physique (M.P.C.) (Orsay)
Delange T Mathématiques (Orsay)
Deny T Mathématiques (M.G.P.)
Germain T Mécanique théorique des fluides
Lucas G. T Géologie
Allard T Chimie physique
Berthelot T Physique nucléaire et radioactivité
Bricard T Météorologie et physique de l'atmosphère
Mme Albe-Fessard T Psycho-physiologie
Friedel T Physique des solides
M. Julia T Etude des molécules organ. complexes
Lender T Biologie animale (S.P.C.N.) (Orsay)
Magat T Physico-chimie des rayonn.
Mlle Quintin T Electrochimie
Monot T Chimie du métabolisme
Benoit T Physiologie animale
De Possel T Analyse numérique
Charlot T Chimie analytique
Haissinsky T Radiochimie
Lemée T Physiologie (B.M.P.V.)
Guérin T Chimie (M.P.C.)

Secrétaire Général C. MONIER

A MONSIEUR LE PROFESSEUR GEORGES CILAUDRON

Membre de l'Institut

Hommage de profonde gratitude

A MM. PIERRE VAYSSE et ANDRÉ GUILLOT

Témoignage de reconnaissance

A MA FEMME

Témoignage d'affection



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550417_0031

Etude de la discontinuité à la limite élastique dans les fers de haute pureté et contribution à l'étude des phénomènes de précipitation par la mesure de la résistivité électrique à basse température

par Bernard MIGAUD

INTRODUCTION

Dans le cadre des recherches effectuées au laboratoire de Vitry sur les propriétés du fer de haute pureté, nous avons étudié les propriétés mécaniques de ce métal, et en particulier la discontinuité qui, sur les courbes de traction, apparaît au passage du domaine élastique au domaine plastique. Suivant Cottrell, cette discontinuité est une conséquence de l'interaction entre les atomes de carbone et les dislocations contenues dans le métal.

Le fer de zone fondue a une teneur en carbone de l'ordre de 8 à 10 p.p.m.. Nous avons montré que dans certaines conditions de traitement thermique des éprouvettes cette quantité de carbone était suffisante pour déterminer l'existence de la baisse de charge à la limite élastique. De plus, nous avons étudié l'influence de la pureté du fer sur l'amplitude de la discontinuité et nous avons montré que cette amplitude est la plus grande dans le cas du fer le plus pur, préparé par zone fondue.

Parallèlement, nous avons été conduit à étudier la précipitation du carbone à partir d'une solution solide

sursaturée de fer α d'une part, en suivant l'évolution des propriétés mécaniques et de la résistivité électrique mesurée à la température de l'hydrogène liquide, et d'autre part, par examen au microscope électronique.

Enfin, pour montrer la validité et la généralité des résultats obtenus par la méthode de résistivité électrique aux très basses températures, nous avons étudié par cette méthode la précipitation du cuivre dans un alliage aluminium-cuivre à 4 % de cuivre.

Pour exposer notre travail, nous avons adopté le plan suivant :

CHAPITRE I. — Influence de la pureté du fer sur la discontinuité à la limite élastique observée sur les courbes de traction.

CHAPITRE II. — Etude cinétique du vieillissement après trempe du fer pur.

CHAPITRE III. — Application de la méthode de mesure

de résistivité électrique à l'étude de la précipitation dans l'alliage Al-Cu à 4 % de cuivre.

Je prie M. Georges Chaudron, Membre de l'Institut, Professeur à la Faculté des Sciences de Paris, Directeur du Laboratoire de Vitry du Centre National de la Recherche Scientifique de bien vouloir accepter l'expression de ma profonde gratitude pour la direction qu'il a donnée à ces travaux et pour les fructueux enseignements que j'ai retirés de ces quelques années passées au Laboratoire de Vitry.

M. Léon Moreau, Directeur-Adjoint du Laboratoire, m'a toujours facilité la tâche dans la conception et la

réalisation des nombreuses techniques que j'ai eu l'occasion d'utiliser à Vitry. Qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance.

Je remercie M. Jean Talbot, Chef de service au Laboratoire de Vitry, qui m'a formé dans mes débuts au Laboratoire et dont l'expérience m'a toujours été fort utile.

Je suis heureux de remercier tous mes collègues de Vitry et plus particulièrement, MM. Michel Wintenberger Christian Messenger et Francis Dabosi, avec lesquels j'ai collaboré plus étroitement. Mme Grégoire m'a aidé avec beaucoup de compétence et je lui en suis très reconnaissant.

CHAPITRE PREMIER

INFLUENCE DE LA PURETÉ DU FER SUR LA DISCONTINUITÉ A LA LIMITE ÉLASTIQUE OBSERVÉE SUR LES COURBES DE TRACTION

A. — INTRODUCTION

Dans le cas de nombreux métaux ou alliages, le passage du domaine élastique au domaine plastique n'est pas continu. Sur les courbes de traction, effort-allongement, on distingue souvent une limite élastique supérieure et une limite élastique inférieure; il est parfois difficile de séparer ces deux contraintes et, à la limite élastique on observe seulement un palier, le début de la déformation plastique s'effectuant sous charge constante.

Ce phénomène — « yield phenomenon » — est très connu dans le cas du fer ou des aciers (1) et longtemps on a cru que c'était une caractéristique de ce métal, jusqu'à ce qu'il ait été observé avec d'autres métaux : molybdène (2), cadmium (3), zinc (4), (5), laiton α et β (6), titane (7), alliages aluminium-magnésium (8), (9), aluminium (10), (11), nickel (11), cuivre (12), Au_3Cu (13).

L'interprétation de cette particularité à la limite élastique dérive, en général, de celle que Cottrell (14) a donné pour expliquer l'existence d'une limite élastique supérieure dans le cas du fer contenant du carbone. Si l'on considère une solution solide de substitution, on comprend que les atomes de soluté qui sont plus gros que les atomes solvant seront en équilibre stable dans la partie dilatée des dislocations-coin : le calcul de l'énergie d'interaction des dislocations et des atomes de soluté repose sur ce principe. Les atomes de soluté en insertion — carbone dans le fer α — dilatent également le réseau et à partir de la variation de paramètre de la martensite en fonction de la teneur en carbone, Cottrell et Bilby (15) ont pu calculer l'énergie d'interaction des dislocations et des atomes de carbone. Ces

auteurs n'ont considéré, en première approximation, que les contraintes hydrostatiques qui existent autour d'une dislocation de type coin : depuis, un calcul plus complet a été établi qui conduit qualitativement au même résultat pour les dislocations-vis (16). Ainsi à l'équilibre, les dislocations sont entourées d'un « nuage » ou d'une « atmosphère de Cottrell »; elles sont alors bloquées et la force nécessaire pour les libérer est supérieure à celle qui est suffisante pour continuer ensuite librement leur mouvement.

Cependant, cette théorie n'explique pas certains faits expérimentaux, comme par exemple la variation de la discontinuité à la limite élastique avec la grosseur du grain (17). C'est ainsi qu'avec des échantillons monocristallins carburés et recuits, Holden et Hollomon (18) ont observé un passage continu du domaine élastique, tandis que Schwartzbart et Low (19) et Churchman et Cottrell (20) ont noté l'existence d'une petite anomalie qui serait plutôt un palier qu'une baisse de charge. Mais ces auteurs reconnaissent qu'une nette discontinuité à la limite élastique apparaît si les éprouvettes monocristallines sont écrouies puis vieillies avant d'être tractionnées, la présence de carbone étant d'ailleurs nécessaire.

La théorie initiale de Cottrell a donc été complétée. Cottrell (21), (22) a supposé que quelques dislocations sont libérées de leurs nuages avant la limite élastique supérieure, puis bloquées en certains obstacles que constituent les dislocations situées aux joints de grains des polycristaux ou celles encore ancrées dans le cas des monocristaux; la limite élastique supérieure correspond à la force nécessaire pour que ces obstacles soient franchis par les dislocations ou pour que l'empilement des dislocations sur les obstacles puisse activer d'autres sources de Frank-Read. Dans le cas d'un monocristal, les obstacles formés par les dislocations qui sont réparties dans le

cristal sont moins énergiques et Cottrell explique ainsi la faible discontinuité observée dans les monocristaux, en particulier quand ils ne sont pas écrouis.

Holden (23) admet également que toutes les dislocations ne se libèrent pas en même temps; celles qui le sont d'abord acquièrent une vitesse assez élevée, leur énergie cinétique augmente et elles peuvent alors entraîner les dislocations encore ancrées qui se trouvent à quelques distances atomiques des plans de glissement des dislocations mobiles. Ainsi, en considérant les « collisions » successives entre une dislocation mobile et les dislocations immobiles, Holden définit un libre parcours moyen entre les collisions et explique de façon satisfaisante l'influence de la grosseur du grain et celle de l'écrouissage préalable.

Ainsi, dans ces deux théories, on suppose que quelques dislocations sont libérées en certains points de l'éprouvette où existent des concentrations de contraintes, ce qui a permis à Paxton (24) et à Dehlinger (25) de parler de « germes de déformation plastique ». Ensuite, alors que la charge diminue de la limite élastique supérieure à la limite élastique inférieure, une déformation plastique soudaine apparaît dans toute l'éprouvette; cette déformation qui correspond à la libération de toutes les dislocations de leurs nuages, par un mécanisme en chaîne, doit être faible.

Le but du travail expérimental que nous exposons dans ce chapitre est de voir quelle était l'influence de la pureté du fer sur ce phénomène de propagation de la déformation plastique au cours de la baisse de charge à la limite élastique. Nous préciserons également les conditions d'obtention d'une discontinuité à la limite élastique dans le cas des fers très purs.

B. — ÉTUDE DU FER DE ZONE FONDUE ET DU FER PUR ÉLECTROLYTIQUE

Nous disposons au Laboratoire de Vitry de fer de très haute pureté, le fer pur électrolytique (26) et le fer de zone fondue (27). Le tableau I donne le résultat des analyses faites soit par irradiation à la pile ato-

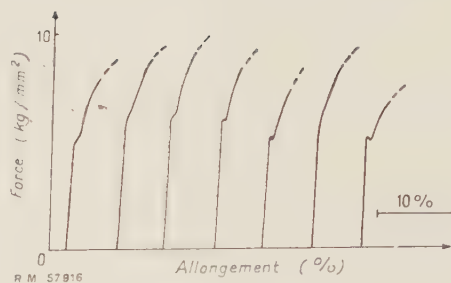


Fig. 1. — Aspect de la limite élastique (début des courbes de traction).

mique (28), (29), soit par microanalyse en ce qui concerne l'oxygène, le carbone et l'azote (30), (31).

Préparation des éprouvettes

Le fer électrolytique est obtenu sous forme de plaquettes de 1 à 2 mm d'épaisseur, tandis que le fer de zone fondue a la forme d'un barreau de 3 cm² de section. Après laminage jusqu'à 0,2 mm d'épaisseur on découpe à l'emporte-pièces des éprouvettes de traction, aux têtes élargies, de 39×2,65×0,2 mm. Ces éprouvettes sont ensuite recuites à 850° C dans un courant d'hydrogène pur et sec pendant environ huit jours: la teneur en carbone est ainsi de 10 p.p.m. environ.

La machine de traction utilisée est une machine Adamel, type Chevenard (n° 33), le miroir étant placé en montage direct. La vitesse de traction est de 4 mm par minute — ce qui correspond à un allongement de 10 % par minute.

La figure 1 représente le début des courbes de traction obtenues avec différentes éprouvettes; certaines sont tractionnées après le traitement de purification dans l'hydrogène, d'autres le sont après trempe à l'eau depuis 720° C. Nous voyons que, d'une part la forme de ces courbes à la limite élastique, varie d'une éprouvette à l'autre, d'autre part, la discontinuité — quand elle existe — est peu marquée.

TABLEAU I. — Analyse des fers purs préparés au Laboratoire de Vitry en parties par millions (1 p.p.m. = 0,0001 %)

Éléments dosés	O ₂	C	S	P	Cl ₂	As	Cu	Co	Ni	Mn	Ca	Si	N ₂
Fer électrolytique.....	50 à 20	20 à 10	15	1 à 2	900 à 600	1	4,5	0,5	75	0,25		3	10
Fer de zone fondue.....	3	15 à 8	5 et 0,3	0,02	0,02	0,5	1	0,5	0,5	0,25	5		

Etant donnée la grosseur de grain des éprouvettes (5 grains/mm), ces résultats sont à rapprocher de ceux précédemment obtenus sur des monocristaux contenant cependant plus de carbone (0,005 à 0,020 %) (18 à 20).

Une étude préalable nous a montré que, pour obtenir de façon reproductible une discontinuité nette, les éprouvettes devaient être écrouies par traction puis vieilles. L'écrouissage préalable introduit des dislocations sur des plans de glissement bien définis, les plans (110), (112), (123); le traitement de vieillissement consécutif (par exemple 24 h à 50-70°C) a pour effet de faire diffuser les atomes de carbone — s'il en existe en solution solide — vers les dislocations et de les bloquer.

Pour une éprouvette, nous donnerons donc deux courbes de traction; la première (a) représentera la courbe effort-allongement jusqu'à un allongement de 3 à 5 % environ, tandis que la seconde (b) représentera la deuxième partie de la courbe de traction après un traitement de vieillissement déterminé.

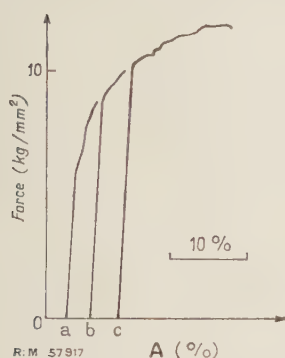


Fig. 2. — Epreuve de fer de zone fondue refroidie lentement.

- a) Ecouissage préliminaire;
- b) Après 24 h à 70°C;
- c) Après 24 h à 70°C.

refroidissement définit ce que nous désignerons par refroidissement lent.

La figure 2 représente les portions de la courbe de traction effectuée avec une éprouvette de fer de zone fondue. La courbe a est la courbe d'écrouissage préliminaire pendant laquelle se créent des dislocations; l'effort est relâché quand l'allongement de l'éprouvette est de 3 à 5 %. L'éprouvette, sans être démontée des mordaches, est alors placée dans une étuve à 70°C et abandonnée pendant 24 h. Après ce traitement de vieillissement, elle est à nouveau tractionnée, dans les mêmes conditions opératoires (courbe b). Eventuellement, l'éprouvette peut encore ne pas être tractionnée jusqu'à la rupture et subir un nouveau vieillissement de 24 h à 70°C. Nous obtenons alors la courbe c.

Le résultat intéressant est que sur les courbes b et c n'apparaît aucune discontinuité à la limite élastique; ceci reste valable quelles que soient la valeur de l'allon-

1° Influence du traitement thermique préalable sur l'existence de la discontinuité à la limite élastique.

Nous avons été amené à considérer deux modes de refroidissement : refroidissement lent ou trempe à l'eau.

a) Cas du refroidissement lent

Après le traitement de purification par recuit sous hydrogène la température du four décroît de 850 à 20°C en une vingtaine d'heures. Cette vitesse de

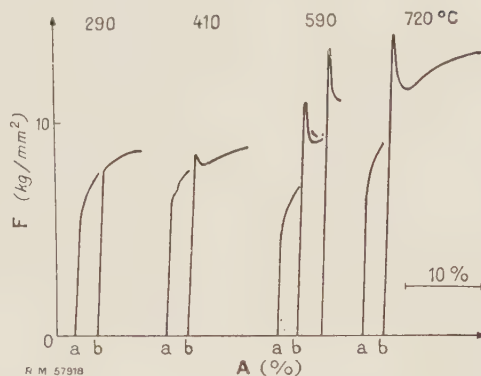


Fig. 3. — Courbes de traction d'éprouvettes de fer de zone fondue, recuies 5 h à la température indiquée, puis trempées à l'eau.

- a) Ecouissage préliminaire, juste après la trempe;
- b) Après 24 h à 60°C.

gement préalable, la durée et la température du vieillissement. Le fer pur électrolytique se comporte comme le fer de zone fondue (32).

Puisque d'après Cottrell le carbone est à l'origine du phénomène de la discontinuité à la limite élastique, on est conduit à penser que la quantité de carbone qui reste en solution dans les fers purs, après le refroidissement lent, est insuffisante pour provoquer l'apparition de cette discontinuité.

Pour ces métaux, au cours du refroidissement lent, le carbone précipite sous une forme plus stable que s'il était au voisinage des dislocations, car cet état se maintient après l'écrouissage préalable.

b) Cas de la trempe à l'eau

Un recuit préalable suivi d'une trempe à l'eau doit permettre de maintenir en solution la faible quantité de carbone que contiennent le fer pur électrolytique et le fer de zone fondue.

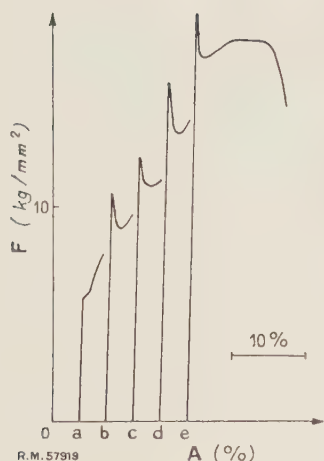
La figure 3 montre les résultats obtenus avec des éprouvettes de fer de zone fondue qui sont trempées à l'eau après 5 h de recuit à 290, 410, 590 et 720°C, le recuit étant postérieur au traitement de purification. Les courbes a sont effectuées aussitôt après la trempe à l'eau; le vieillissement est de 24 h à 60°C.

Il est très net que, pour une température suffisamment élevée, apparaît une discontinuité à la limite élastique sur les courbes b.

De plus, la comparaison avec les courbes de la figure 1 montre bien que les traitements successifs — trempe, écrouissage et vieillissement — permettent de faire apparaître une discontinuité dont l'amplitude est particulièrement importante.

Les mêmes expériences réalisées avec le fer pur électrolytique donnent des résultats identiques (32).

Nous remarquons que, pour une température de trempe peu élevée (290°C par exemple), la discontinuité n'apparaît pas; elle est peu marquée après une trempe



R.M. 57919

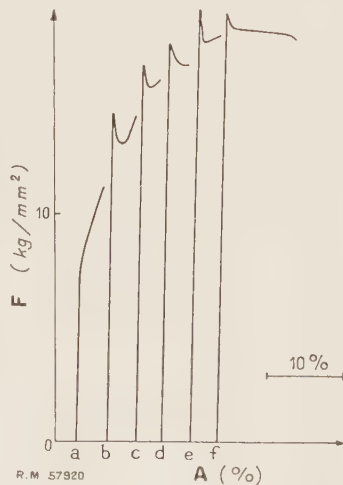
Fig. 4. — Fer de zone fondue.
a) Ecroutissage après trempe à 720° C;
b) Après 1 h. 20 à 60° C;
c) Après 23 mn à 60° C;
d) Après 3 h à 60° C;
e) Après 23 h à 60° C.

depuis 410° C; toutefois, pour 290° C et 410° C le temps de recuit à ces températures, 5 h environ, est certainement insuffisant pour mettre tout le carbone en solution. En effet, il a été possible après un recuit plus long à 410° C de mettre en évidence une discontinuité aussi importante que celle qui apparaît après trempe à 720° C; ce résultat est normal puisque, à 410° C, la solubilité en carbone, de l'ordre de 0,002 % d'après les données de Wert et Dijkstra (33), (34) est supérieure à la teneur en carbone du fer électrolytique et du fer de zone fondue étudiés.

Ainsi ces expériences montrent qu'une teneur en carbone de l'ordre de 10 p.p.m. est suffisante pour bloquer les dislocations puisque la discontinuité à la limite électrique apparaît après une trempe à l'eau préalable.

Cottrell et Bilby (15) ont calculé que deux atomes de carbone par distance atomique le long de la dislocation sont nécessaires pour relaxer l'énergie élastique d'une dislocation, le premier atome étant à 2 angströms tandis que le deuxième se trouve entre 10 et 20 Å de la dislocation. Nous pouvons alors calculer la quantité de carbone suffisante pour « saturer » les dislocations introduites pendant l'écroutissage préalable.

Après un allongement de 3 à 5 %, la densité de dislocations introduites dans le fer est $L = 2 \text{ à } 5 \cdot 10^{10}$ dislocations par cm^2 (35), (36). Par cm^3 , la longueur de dislocations est $L \text{ cm}$, et $2Lb$ atomes de carbone suffisent pour les saturer, b étant le vecteur de Burgers ($2,5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$). Soient alors d la densité du fer, A le poids atomique de l'atome de carbone et N le nombre d'Avogadro. La concentration c en poids %, de



R.M. 57920

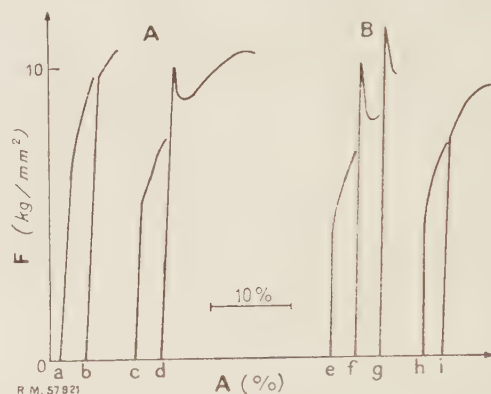
Fig. 5. — Fer pur électrolytique.
a) Ecroutissage après trempe à 720° C;
b, c, d, e, f) Après 24 h à 60° C.

carbone, suffisante pour saturer les dislocations, est alors déterminée par la relation :

$$c = \frac{100 L A}{d b N}$$

Ainsi avec $L = 5 \cdot 10^{10} \text{ cm}$, nous trouvons que 0,001 % environ de carbone suffisent à bloquer les dislocations.

Nos expériences confirment ce résultat; elles montrent le rôle de très faibles teneurs en carbone et l'importance du traitement thermique préalable. Il est courant, en effet, de considérer que le fer ne contient pas du tout de carbone si, après refroidissement lent, on n'observe aucune discontinuité à la limite élastique sur les courbes de traction obtenues après écroutissage et vieillissement. Pour la faire apparaître dans les mêmes conditions expérimentales, on introduit au préalable de 0,005 à 0,020 % de carbone, mais après refroidissement lent, on ne sait



R.M. 57921

Fig. 6. — Influence du traitement thermique préalable sur l'apparition de la discontinuité à la limite élastique (Cf. texte).

plus du tout quelle est la quantité de carbone en solution solide. Nos expériences montrent que cette carburation n'est pas nécessaire et qu'il est possible, après trempe à l'eau, d'étudier l'interaction des dislocations avec une quantité très faible et connue de carbone.

c) Expériences complémentaires

1) La figure 4 est relative à une éprouvette de fer de zone fondue qui est préalablement trempée à l'eau depuis 720° C. Elle a subi quatre vieillissements successifs à 60° C; de 1 h 20, 23 mn, 3 h et 23 h; une portion de courbe de traction est enregistrée entre chaque vieillissement.

Il est remarquable que la discontinuité apparaisse sur chaque courbe b, c, d, e.

Le carbone qui, au cours de chaque vieillissement, diffuse vers les dislocations ne forme pas de carbures stables au voisinage de ces dislocations; son état est intermédiaire entre la solution solide et l'état précipité obtenu

TABLEAU II. — Variation avec le temps de l'amplitude de la discontinuité à la limite élastique ($l_s - l_i$) au cours du vieillissement à 40° C (fer de zone fondue trempé à l'eau depuis 720° C, puis allongé de 5 %).

Temps de vieillissement	30'	1 h	3 h	5 h	24 h
$(l_s - l_i)$ kg/mm ²	1,53	1,65	1,75	2,26	2,30

par exemple après refroidissement lent. Une fois les dislocations libérées des « nuages de Cottrell » que forment les atomes de carbone, ceux-ci sont encore en solution solide (37) ; ils peuvent alors migrer vers les dislocations, les bloquant à nouveau (ce que démontre bien l'existence de la discontinuité à la limite élastique sur chaque courbe de la traction de la figure 4).

La même expérience peut être réalisée avec le fer pur électrolytique (fig. 5). Nous obtenons les mêmes résultats, l'amplitude de la discontinuité étant plus faible.

2) L'expérience qui suit montre la parfaite réversibilité des phénomènes observés dans les paragraphes *a* et *b*. Le traitement de vieillissement est, dans chaque cas, de 24 h à 70° C.

Une éprouvette A, de fer de zone fondue (fig. 6) est refroidie lentement, allongée de 3 % (courbe *a*), puis vieillie; la courbe *b* que l'on enregistre après vieillissement correspond également à un allongement de 3 %. Aucune discontinuité n'est visible sur la courbe l'éprouvette étant étudiée après refroidissement lent. Elle est alors démontée des mordaches, recuite à 720° C, puis trempée à l'eau; la traction immédiate donne la courbe *c*, tandis qu'après vieillissement ultérieur, nous obtenons la courbe *d*, sur laquelle apparaît alors une discontinuité très nette.

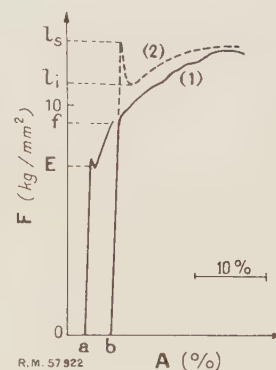
L'ordre des traitements est inversé dans le cas de l'éprouvette B. Après trempé à l'eau nous enregistrons les courbes *e*, *f*, et *g*, une limite élastique supérieure et une limite élastique inférieure existant sur *f* et *g*. Ensuite l'éprouvette est recuite à 850° C et refroidie lentement, d'où les courbes *h* et *i*, où nous n'observons plus de discontinuité sur la courbe *i* effectuée après vieillissement.

Cette expérience différencie bien l'influence des deux traitements thermiques considérés.

d) Étude cinétique de l'apparition de la discontinuité

Dans les expériences précédentes le vieillissement s'effectuait vers 50-70° C et sa durée était de 24 h. Nous nous proposons de montrer que ce traitement est largement suffisant pour permettre au carbone de diffuser vers les dislocations.

Expérimentalement, nous n'observons sur la figure 7 aucune discontinuité sur la courbe de traction *b*, si cette dernière, bien que se rapportant à une éprouvette préala-


 Fig. 7. — Fer de zone fondue trempé depuis 720° C.
 a) Écrouissage préalable;
 b) (1) Traction immédiate, après relâche de l'effort;
 2) Après vieillissement.

blement trempée à l'eau, est effectuée aussitôt après l'écrouissage préliminaire, sans vieillissement intermédiaire.

L'amplitude de la discontinuité, évaluée en considérant la différence ($l_s - l_i$) des limites élastiques supérieure et inférieure augmente avec le temps de vieillissement (tableau II). En outre, elle tend vers une valeur constante au bout d'un temps variable avec la température de vieillissement (tableau III).

Un calcul simple permet de retrouver les temps expérimentaux indiqués dans le tableau III. Après l'écrouissage préliminaire les dislocations sont distantes en moyenne de $l = L^{-1/2}$ cm. Admettons que les atomes de carbone doivent parcourir cette distance l avant d'être fixés aux dislocations. On peut évaluer le temps moyen nécessaire pour ce parcours, connaissant le coefficient de diffusion D du carbone (38) :

$$D = 0,02 \exp \left(\frac{-20.100}{RT} \right) \text{ cm}^2 \text{ sec}^{-1}$$

et à partir de la relation $l^2 = Dt$. Les temps ainsi calculés sont portés dans le tableau III.

 TABLEAU III. — Variation en fonction de la température de vieillissement, du temps nécessaire pour que l'amplitude ($l_s - l_i$) soit constante (fer de zone fondue trempé à l'eau depuis 720° C, puis allongé à 5 %).

θ (° C)	40	60	70
Temps (expérimental)	6 à 24 h	1 à 4 h	1 h à 2 h
Temps (calculé)	24 à 40 h	3 à 6 h	1 h 20 à 2 h 20

TABLEAU IV. — Valeurs de R_{H_2}/R_{N_2} , pour le fer pur électrolytique et le fer de zone fondue, après divers traitements.

	Fer pur électrolytique	Fer de zone fondue
Après refroidissement lent + allongement de 5 %.....	0,107	0,0914
Après refroidissement lent + allongement de 5 % + vieillissement à 80° C.....	0,1065	0,0908
Après trempe à l'eau + allongement de 5 %.....	0,118	0,103
Après trempe à l'eau + allongement de 5 % + vieillissement à 80° C.....	0,111	0,096

L'accord avec l'expérience est satisfaisant, bien que les temps calculés soient un peu supérieurs. En fait, les atomes ne diffusent pas vers les dislocations suivant la loi du hasard admise en écrivant $l^2 = 2Dt$. Ils sont en effet attirés préférentiellement vers les dislocations. Le calcul plus exact, mais plus complexe, de Cottrell et Bilby (15) qui tient compte de cette interaction entre les dislocations et les atomes de carbone donnerait, pour les temps calculés, des valeurs plus faibles que celles indiquées dans le tableau III.

L'étude cinétique de l'apparition de la discontinuité à la limite élastique confirme bien, en accord avec Cottrell, que l'interaction élastique des dislocations et des atomes de carbone est à l'origine du phénomène.

2° Mesures du frottement intérieur et de la résistivité électrique à 20° K.

Le microdosage par combustion sous oxygène d'une prise d'essai donne la teneur totale en carbone. Les expériences précédentes ayant conduit à la conclusion que le carbone présent dans les fers très purs n'était en solution solide qu'après trempe à l'eau, nous avons vérifié ce résultat en mesurant le frottement intérieur et la résistivité électrique aux très basses températures de fils qui ont subi le même traitement de purification que les éprouvettes de traction.

La figure 8 représente la variation de l'amortissement en fonction de la température de la mesure pour deux fils préparés à partir de fer pur électrolytique et de fer de zone fondue, et qui ont été soit refroidis lentement (courbes en pointillé), soit trempés à l'eau (courbes continues). La position respective des courbes s'interprète en considérant la pureté du métal et les tensions de trempe (39). En ce qui concerne le carbone, nous voyons que le maximum lié à sa présence en solution solide n'apparaît qu'après trempe à l'eau; un étalonnage préalable permet de fixer à environ 10 p.p.m. la quantité de carbone maintenue en sursaturation. De plus, puisque dans nos conditions opératoires le maximum dû à l'azote en solution solide devrait se situer vers 12° C nous voyons que nos échantillons ne contiennent pas d'azote en quantité mesurable. Ajoutons qu'après un vieillissement à 100° C, la variation de l'amortissement avec la température est à nouveau une droite horizontale, le carbone ayant précipité.

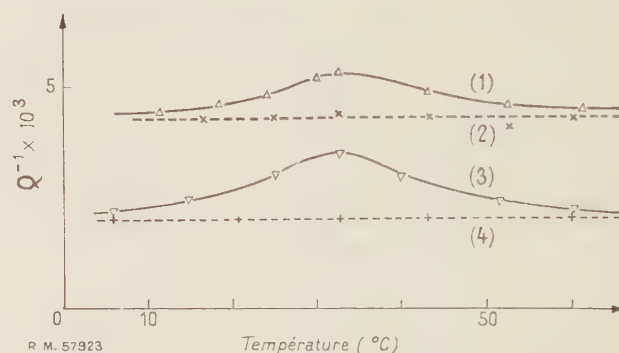


Fig. 8. — Variation de l'amortissement avec la température.

--- échantillons refroidis lentement;

— échantillons trempés à l'eau.

(1) et (2) : Fer de zone fondue;

(3) et (4) : Fer pur électrolytique.

Le tableau IV donne les valeurs du rapport des résistivités électriques $R_{20^\circ K}/R_{78^\circ K}$ mesurées aux températures de l'hydrogène et de l'azote liquides. La valeur obtenue après trempe à l'eau est supérieure à celle mesurée après refroidissement lent; si la différence est attribuée au carbone, la teneur maintenue en solution solide serait de 0,0005 % environ, d'après un étalonnage préalable.

Nous voyons de plus sur ce tableau que la variation du rapport des résistivités au cours d'un vieillissement après déformation est pratiquement nulle — de l'ordre de grandeur des erreurs expérimentales — pour des échantillons refroidis lentement, alors qu'elle est mesurable dans le cas des échantillons trempés à l'eau. Ce n'est donc qu'après trempe à l'eau qu'apparaît une ségrégation des atomes de carbone aux dislocations, ce qui confirme les résultats obtenus par l'étude des courbes de traction.

3° Influence de la pureté du fer sur l'amplitude de la discontinuité à la limite élastique.

La figure 7 définit les grandeurs que nous utiliserons. La limite élastique E est déterminée sur la courbe d'érouissage préliminaire, enregistrée par conséquent immédiatement après trempe à l'eau; l_s et l_i sont les limites élastiques supérieure et inférieure déterminées sur les courbes expérimentales obtenues après vieillissement ($l_s = l_i$ si le vieillissement après déformation est effectué sur des éprouvettes refroidies lentement).

Le tableau V donne les résultats obtenus avec les différents fers étudiés. Les valeurs indiquées sont des moyennes portant sur une vingtaine d'échantillons au moins. Les valeurs de $(l_s - l_i)$ sont, de plus, relatives à des éprouvettes qui, après trempe et érouissage, ont été vieillies pendant un temps suffisant pour que l'amplitude de la discontinuité soit constante (tableau III). Nous avons jugé utile d'ajouter dans ce tableau les valeurs maximales observées pour $(l_s - l_i)$.

Nous y avons également indiqué les valeurs obtenues avec du fer Armco. Ce fer, après laminage de 2 à 0,20 mm, a été purifié 24 h dans l'hydrogène à 850° C. Les valeurs données sont déterminées sur des éprouvettes préalablement trempées depuis 720° C. Signalons que si les éprouvettes de fer Armco ne sont pas purifiées la discontinuité à la limite élastique est très mal définie et aucune mesure n'est possible.

Il ressort de l'examen du tableau V que l'amplitude de la discontinuité $(l_s - l_i)$ varie de façon cohérente avec la pureté du métal : le fer de zone fondue présente la discontinuité à la limite élastique la plus importante.

La différence est déjà sensible entre le fer électrolytique et le fer de zone fondue, pour lesquels la discontinuité apparaît dans les mêmes conditions.

Dans le cas du fer Armco longuement purifié dans l'hydrogène, la discontinuité est près de deux fois plus faible que pour le fer de zone fondue — surtout si l'on considère la grandeur maximale de $(l_s - l_i)$. Il est possible que pour ce métal les impuretés métalliques ou métalloïdiques et les inclusions constituent des germes pour la précipitation du carbone, ce qui a pour effet de diminuer d'autant l'influence de cet élément sur le blocage des dislocations. Nous signalons que l'étude de Talbot (26) sur la recristallisation du fer en fonction de la pureté avait conduit cet auteur à penser que le fer Armco longuement recuit dans l'hydrogène se comportait — du point de vue de la recristallisation — comme le fer pur électrolytique; ces deux métaux ne se différenciaient que par certaines propriétés mécaniques et

par l'aptitude au chargement en hydrogène cathodique. Nos résultats montrent que la discontinuité à la limite élastique est encore un moyen de différencier le fer Armco longuement purifié du fer pur électrolytique.

La variation de $(l_s - l_i)$ observée dans le tableau V ne peut pas être imputée à la grosseur de grain. Le fer de zone fondue et le fer Armco ont, par exemple, des grains de dimensions analogues; pour le fer électrolytique $(l_s - l_i)$ est indépendant de la dimension du grain. D'ailleurs, nous avons préparé des éprouvettes de fer électrolytique à gros grain (26); les grandeurs E , et $(l_s - l_i)$ sont alors respectivement de 5,7 et 1,35 kg/mm² environ; ces résultats montrent qu'avec de gros cristaux la discontinuité n'augmente pas.

Ainsi, l'étude quantitative de la différence entre les limites élastiques supérieure et inférieure qui apparaissent dans des conditions bien définies, permet de classer les différents fers dans l'ordre de leur pureté. Expérimentalement, la discontinuité à la limite élastique est plus importante dans le cas du fer préparé par zone fondue.

Comme nous l'avons vu, Cottrell et Holden attribuent la baisse de charge à la limite élastique à une relaxation de l'effort par suite d'une propagation en chaîne de la déformation plastique; Holden s'appuie sur les propriétés dynamiques des dislocations qui ont par ailleurs été considérées par Fisher, Hart et Pry (40) pour expliquer la déformation des bandes de glissement à partir des sources de Frank-Read. Il est possible que dans le cas des métaux impurs les dislocations mobiles perdent une partie de leur énergie cinétique en passant au voisinage des impuretés : celle-ci n'est alors plus suffisante pour décrocher les autres dislocations encore ancrées par les nuages de Cottrell. La déformation plastique ne pourrait continuer à se propager que si l'on fournit de l'énergie au métal et ainsi la baisse de charge à la limite élastique serait plus faible avec les métaux impurs. La relaxation de l'effort, après la limite élastique supérieure paraît donc liée à la mobilité des dislocations, celles-ci se déplaçant plus facilement dans le cas du métal le plus pur.

TABLEAU V. — Variation de l'amplitude de la discontinuité à la limite élastique $(l_s - l_i)$ avec la pureté du fer.

Nature du fer	Nombre de grains par mm	E kg/mm ²	$l_s - l_i$ kg/mm ²	$l_s - l_i$ valeur maximale observée
Fer de zone fondue.....	4	5,5 ± 0,3	2,3 ± 0,3	3,5
Fer pur électrolytique.....	20 9	12 ± 1 7,4 ± 0,5	1,7 ± 0,3 1,6 ± 0,3	2,11 2,14
Fer Armco.....	5	6,1 ± 0,4	1,35 ± 0,3	1,67

BIBLIOGRAPHIE

- (1) J. R. LOW et GENSAMER. — *Trans AIME*, **158** (1944), 207.
- (2) R. TURY et S. KRAUSZ. — *Nature*, **138** (1936), 331; **139** (1937), 30.
- (3) A. H. COTTRELL et D. F. GIBBONS. — *Nature*, **162** (1948), 488.
- (4) H. L. WAIN et A. H. COTTRELL. — *Proc. Phys. Soc.*, **B 63** (1950), 339.
- (5) H. L. WAIN. — *Proc. Phys. Soc.*, **B 65** (1952), 886.
- (6) G. W. ARDLEY et A. H. COTTRELL. — *Proc. Roy. Soc. (London)*, **A 219** (1953), 328.
- (7) A. T. CHURCHMAN. — *Act. Met.*, **3** (1955), 22.
- (8) V. A. PHILLIPS, A. J. SWAIN et R. E. EBORALL. — *J. Inst. Metals*, **81** (1952-53), 625.
- (9) A. R. C. WESTWOOD et T. BROOM. — *Act. Met.*, **5** (1957), 77, 249.
- (10) R. E. SMALLMAN, G. K. WILLIAMSON et G. W. ARDLEY. — *Act. Met.*, **1** (1953), 126.
- (11) P. HAASEN et A. KELLY. — *Act. Met.*, **5** (1957), 192.
- (12) T. H. BLEWITT. — *Phys. Rev.*, **91** (1953), 1115.
- (13) G. W. ARDLEY. — *Act. Met.*, **3** (1955), 525.
- (14) A. H. COTTRELL. — Report on the Strength of Solids (London: Physical Society), (1948), 30.
- (15) A. H. COTTRELL et B. A. BILBY. — *Proc. Phys. Soc.*, **A 62** (1949), 49.
- (16) A. W. COCHARDT, G. SCHOEK et H. WIEDERSICH. — *Act. Met.*, **3** (1955), 533.
- (17) W. SYLWESTROVICZ et E. O. HALL. — *Proc. Phys. Soc.*, **B 64** (1951), 45.
- (18) A. N. HOLDEN et J. H. HOLLOMON. — *J. Metals*, **1** (1949), 179.
- (19) H. SCHWARTZBART et J. R. LOW. — *J. Metals*, **1** (1949), 637.
- (20) A. T. CHURCHMAN et A. H. COTTRELL. — *Nature*, **167** (1951), 943.
- (21) A. H. COTTRELL. — Symposium on the Plastic Deformation of Crystalline Solids. Mellon Institute. Pittsburgh, (1950), 60.
- (22) A. H. COTTRELL. — L'Etat Solide, (9^e Conseil de Physique, Solvay). R. Stoops Ed. Bruxelles (1952), 487.
- (23) A. N. HOLDEN. — *J. Metals*, **4** (1952), 182.
- (24) H. W. PAXTON. — *J. Appl. Phys.*, **24** (1953), 104.
- (25) U. DEHLINGER. — *Z. Metallkde*, **49** (1958), 416.
- (26) J. TALBOT. — Thèse, Paris (1955).
- (27) J. TALBOT, Ph. ALBERT et C. CHAUDRON. — *C. R. Acad. Sci. France*, **244** (1957), 1577.
- (28) Ph. ALBERT. — Thèse, Paris (1955).
- (29) J. GAITTET et Ph. ALBERT. — *C. R. Acad. Sci. France*, **247** (1958), 1861.
- (30) R. SIFFERLEN. — *C. R. Acad. Sci. France*, **247** (1958), 1608.
- (31) L. MOREAU, J. TALBOT et J. BOURRAT. — *Rev. Métallurg.*, **50** (1953), 775.
- (32) B. MIGAUD et J. TALBOT. — *C. R. Acad. Sci. France*, **244** (1957), 1771.
- (33) C. A. WERT. — *J. Metals*, **2** (1950), 1242.
- (34) L. J. DIJKSTRA. — *Trans AIME*, **185** (1949), 252.
- (35) W. R. THOMAS et G. M. LEAK. — *J. Iron Steel Inst.*, **180** (1955), 155.
- (36) W. PITTSCH et K. LUCKE. — *Archiv. Eisenhüttenwes.*, **27**
- (37) F. W. KUNZ. — *Act. Met.*, **3** (1955), 126.
- (38) C. A. WERT. — *Phys. Rev.*, **79** (1950), 601
- (39) F. DABOSI, B. MIGAUD et J. TALBOT. — *C. R. Acad. Sci. France*, **248** (1959), 553.
- (40) J. C. FISHER, E. W. HART et R. H. PRY. — *Phys. Rev.*, **87** (1952), 958.

CHAPITRE II

ÉTUDE CINÉTIQUE DU VIEILLISSEMENT APRÈS TREMPE DU FER PUR

Pour le fer électrolytique carburé, la discontinuité à la limite élastique que l'on observe sur les courbes de traction après trempe, écrouissage et vieillissement est mal définie (fig. 9). A la ségrégation du carbone aux dislocations se superpose une précipitation, ce qui augmente considérablement la limite élastique inférieure déterminée sur les courbes de traction *b*, après le traitement de vieillissement. Les précipités formés au cours de ce vieillissement constituent des obstacles supplémentaires à la propagation de la déformation plastique d'un grain à l'autre, d'où probablement l'aspect en dents de scie observé sur les courbes *b* de la figure 9 quand une grande quantité de carbone est maintenue en sursaturation par la trempe.

Dans ce chapitre, la précipitation du carbone à partir d'une solution solide sursaturée de fer électrolytique est étudiée par trois méthodes :

- l'étude de l'évolution des caractéristiques mécaniques dans des conditions identiques à celles qui nous ont permis d'étudier la discontinuité à la limite élastique dans le cas du fer pur ;
- la mesure de la résistivité électrique aux très basses températures (20 et 78° K) ;
- la microscopie électronique.

A. — ÉTUDE DE LA PRÉCIPITATION DU CARBONE A L'AIDE DES COURBES DE TRACTION

Préparation des éprouvettes.

Le carbone est introduit par crackage de C_2H_2 en phase γ , sur des plaquettes de fer électrolytique de 0,50 mm d'épaisseur (1). Après un recuit de 2 à 3 h à 950° C et sous vide, des plaquettes sont laminées jusqu'à 0,20 mm d'épaisseur. Les éprouvettes de traction découpées à l'emporte-pièce dans la bande laminée sont homogénéisées une semaine à 850° C sous vide ; elles sont ensuite refroidies dans le four. La teneur totale en carbone introduit est déterminée par microdosage (2).

Quand on opère avec de petites éprouvettes, les essais de traction donnent des résultats qui peuvent être assez dispersés. Nous avons donc cherché à réduire les erreurs expérimentales et nous avons été conduit, comme dans l'étude faite au chapitre précédent, à considérer le vieillissement d'éprouvettes préalablement écrouies. Au cours de la précipitation du carbone, la variation relative

des propriétés mécaniques sera alors exprimée par la relation :

$$\Delta = \frac{l_i - f}{f} \times 100$$

les forces l_i et f étant définies sur la figure 1

La variation de Δ au cours du vieillissement est différente suivant que la température de vieillissement est inférieure ou supérieure à 100° C. La précipitation du carbone sera donc étudiée successivement dans ces deux domaines de températures.

1° Vieillissement aux températures inférieures à 100° C.

a) Influence du temps et de la température de vieillissement

Des éprouvettes contenant 0,020 % de carbone total — teneur qui correspond à la solubilité à 720° C — sont recuites 24 h à 720° C sous vide, trempées à l'eau, allongées de 3 %, puis vieilles pendant des durées variables à 47, 60 et 73° C (fig. 9). La variation de Δ , représentée sur la figure 10, est plus rapide lorsque la température de vieillissement est plus élevée. Dans le

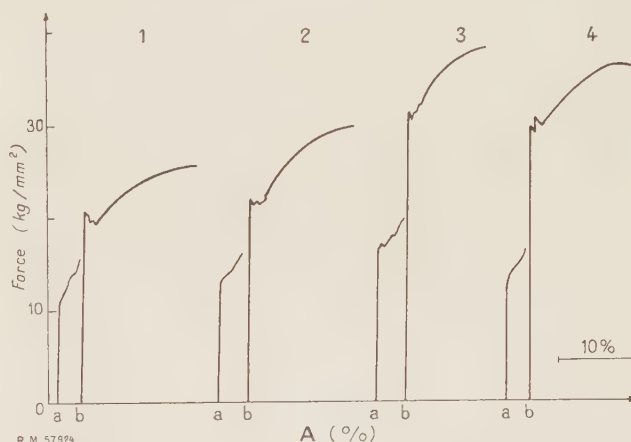


Fig. 9. — Fer pur électrolytique carburé à 0,020 %, trempé à l'eau depuis 720° C, écroui (courbe a) puis vieilli à 47° C pendant 1 h 10 (1), 6 h (2), 24 h (3) et 186 h (4).

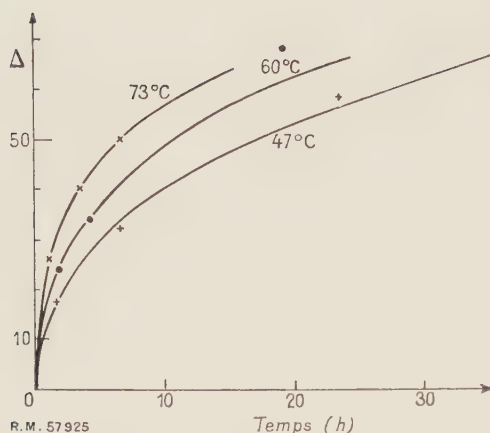


Fig. 10. — Influence de la température de vieillissement sur la variation de Δ (fer pur électrolytique carburé à 0,020 % et trempé depuis 720° C).

domaine de température que nous considérons, le durcissement Δ tend vers une valeur constante, pratiquement indépendante de la température de vieillissement. Cette valeur, ou durcissement maximal Δ_{∞} , est de l'ordre de 70 % pour 0,020 % de carbone précipité de la solution solide et est obtenue après un vieillissement de 24 h vers 50-70° C.

b) Influence de la quantité de carbone qui précipite sur le durcissement maximal Δ_{∞} .

Si nous introduisons plus de 0,020 % de carbone, en agissant sur la température de trempe ($T^{\circ}K$) nous maintenons en sursaturation une teneur qui, d'après les mesures de frottement intérieur de Wert (3) sera déterminée par la relation :

$$\% \text{ C en poids} = 2,55 \exp\left(\frac{-9700}{RT}\right)$$

Ainsi des éprouvettes contenant 0,040 % de carbone total sont recuites 24 h à 400, 550, 650 et 720° C puis trempées à l'eau; elles sont allongées de 3 % immédiatement après la trempe et vieillies 30 h à 53° C avant d'être retractionnées (4). Ainsi pour les quantités de carbone qui précipitent — 0,0018, 0,0068, 0,013 et 0,020 % — le durcissement Δ_{∞} est respectivement de 24, 35, 55 et 68 %. En particulier, après trempe à 720° C, ce durcissement atteint sensiblement la même valeur que celle indiquée sur la figure 10, bien que dans ce dernier cas, la teneur totale en carbone était deux fois plus faible; il apparaît donc que le carbone en excès par rapport à la solubilité à la température de trempe forme des précipités qui ne doivent pas influencer le phénomène de durcissement au cours du vieillissement.

Des échantillons contenant 0,005 et 0,010 % de carbone total ont été trempés depuis 720° C. Les valeurs de durcissement maximal correspondent sensiblement à

celles obtenues après trempe depuis 500 et 600° C d'éprouvettes contenant une quantité de carbone supérieure ou égale à 0,020 %.

La figure 11, qui résume les résultats, montre que le durcissement Δ_{∞} , obtenu après un vieillissement après trempe et écrouissage à une température inférieure à 100° C, dépend de la quantité de carbone qui précipite de la solution solide sursaturée. La droite représentative ne passe pas par l'origine. Lorsqu'une faible quantité de carbone précipite de la solution solide, comme c'est le cas avec le fer pur électrolytique et le fer de zone fondue, le carbone doit uniquement former les « nuages de Cottrell » autour des dislocations. Il n'y a plus précipitation et il semble bien que la grandeur Δ ne mesure un durcissement que lorsque de fortes teneurs en carbone sont maintenues en sursaturation.

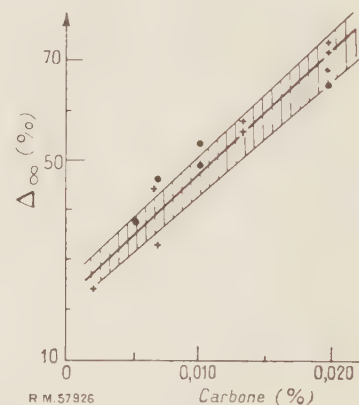


Fig. 11. — Variation du durcissement avec la quantité de carbone qui précipite au cours du vieillissement à une température inférieure à 100° C.

+ Échantillons contenant plus de 0,020 % de carbone et trempés depuis 400, 550, 650 et 720° C.

● Échantillons contenant 0,005, 0,010 et 0,020 % de carbone et trempés depuis 720° C.

2° Vieillissement aux températures supérieures à 100° C.

Au cours d'un vieillissement vers 70° C, nous avons montré que le durcissement Δ atteint en moins de 24 h une valeur élevée de l'ordre de 70 % pour 0,020 % de carbone qui précipite (fig. 11). Cette valeur reste constante même si ce vieillissement est prolongé pendant plus d'un mois, mais diminue au cours d'un vieillissement ultérieur à température plus élevée.

La figure 12 représente des courbes de traction effectuées sur des éprouvettes trempées à 720° C et écrouies de 3,5 % (courbes a) : toutes ont subi un premier vieillissement de 24 h à 67° C. L'éprouvette (a) a été tractionnée aussitôt après ce traitement; les autres, b, c, d, e, après un recuit supplémentaire de 24 h à 108, 150, 200 et 300° C. La grandeur Δ est respectivement de 71, 58, 50, 12 et 0 %.

Il semble donc que le durcissement obtenu au cours

du vieillissement préalable à 67° C correspond à un état intermédiaire dans la précipitation de carbone (5).

Cette interprétation est d'ailleurs confirmée si l'on étudie la précipitation à une température nettement supérieure à 67° C, aussitôt après la trempe à 720° C.

Ainsi, pour 140 et 220° C, le durcissement passe par un maximum puis décroît (fig. 13). La partie ascendante des courbes doit correspondre au même état de précipitation que celui que nous obtenons à des températures inférieures à 100° C; la partie descendante qui apparaît pour les durées de vieillissement plus longues doit être attribuée à un phénomène de coalescence.

Toutefois, la valeur maximale de Δ est fonction de la température de vieillissement; il est possible que, déjà pendant le premier stade se produise une coalescence de la phase qui précipite (6).

Ainsi les essais mécaniques permettent déjà de supposer que la précipitation du carbone à partir d'une solution solide sursaturée du fer α s'effectue en deux stades.

B. — ÉTUDE DE LA PRÉCIPITATION DU CARBONE PAR MESURE DE LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE AUX TRÈS BASSES TEMPÉRATURES

La cinétique de la précipitation du carbone à partir d'une solution solide sursaturée du fer α a jusqu'à présent, beaucoup été étudiée par frottement intérieur (7), (8). Cette méthode, qui ne mesure que la quantité de carbone qui est en solution solide, est particulièrement indiquée pour vérifier la cinétique de Cottrell et Bilby (9) pour la ségrégation du carbone aux dislocations ou celle de Wert et Zener (10) pour la précipitation du carbone dans une matrice non écrouie.

La résistivité électrique, par contre, dépend à la fois du carbone dissous et dans certaines conditions des précipités formés; cette méthode permet donc d'étudier l'évolution de ces précipités. Jusqu'à présent la résistivité électrique a surtout été mesurée à la température ambiante (8), (11), (12) et la sensibilité était faible; c'est ainsi que Pitsch et Lücke (8) ont montré que la résistivité

mesurée à 20° C n'augmente que de 6 % lorsque la teneur en carbone dissous est de 0,020 %. La sensibilité est déjà nettement augmentée si les mesures sont effectuées à la température de l'azote liquide (13).

Méthode de mesure

Nous avons utilisé l'appareil de mesure mis au point par Caron (14), puis Winterberger (15). On trouvera dans leurs travaux une étude très détaillée du principe et de la réalisation de l'appareil.

Les mesures de résistance sont effectuées aux températures de l'hydrogène et de l'azote liquides (20 à 78° K), et nous considérerons le rapport $\rho = R_{H_2}/R_{N_2}$

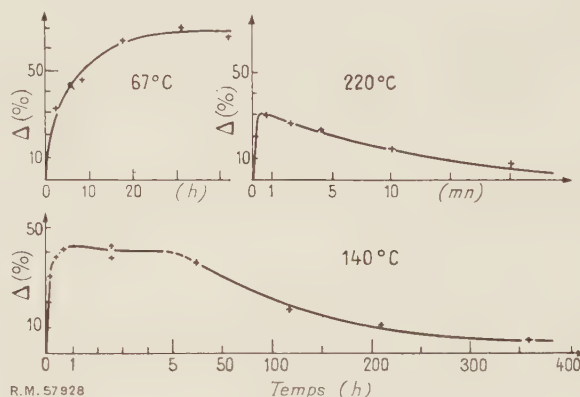


Fig. 13. — Influence de la température de vieillissement sur la variation du durcissement Δ .

de ces résistances qui, dans nos expériences, varie linéairement avec la teneur en carbone dissous. La valeur de ce rapport est, de plus, indépendante du facteur de forme de l'échantillon; pour effectuer les vieillissements, celui-ci peut donc être démonté du support sur lequel il est placé pour faire les mesures de résistivité, sans que la précision soit diminuée. Le rapport ρ est déterminé pour trois valeurs différentes de la tension appliquée à l'échantillon et l'erreur relative varie de 0,5 à 1 %.

Influence du carbone dissous

Les échantillons de mesure — bandes de $200 \times 3 \times 0,20$ mm ou fils de 130 mm de longueur et 0,32 mm de diamètre — sont préparés à partir de fer pur, par la méthode déjà indiquée.

La figure 14 représente la variation du rapport $\rho_0 = \frac{R_{H_2}}{R_{N_2}}$ en fonction de la teneur en carbone dissous, après des trempes à l'eau depuis 400, 550, 650 et 720° C (5); nous avons porté les valeurs obtenues pour trois séries d'échantillons, dont la concentration totale en carbone est différente, soit 0,022 — 0,040 et 0,075 %.

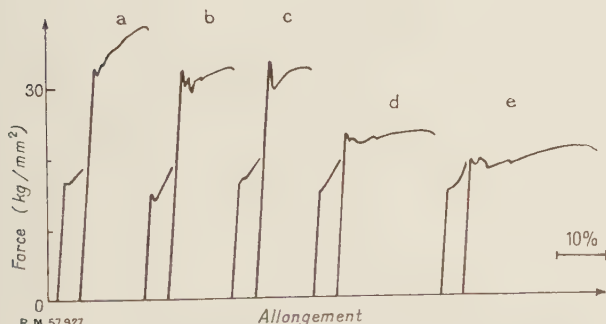


Fig. 12. — Influence sur les propriétés mécaniques d'un revenu à 108 (b) 150 (c), 200 (d) et 300° C (e), après un vieillissement de 24 h à 67° C.

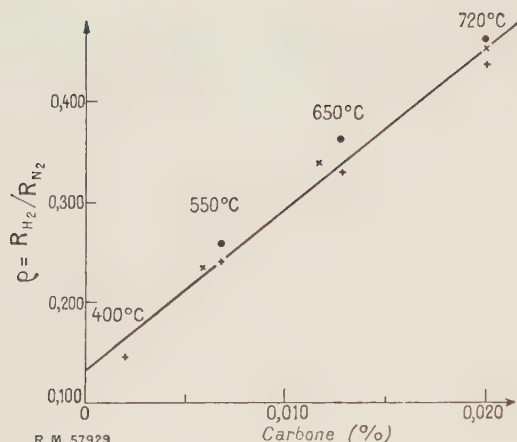


Fig. 14. — Variation du rapport R_{N_2}/R_{H_2} avec la teneur en carbone dissous. Echantillons de fer électrolytique contenant :
+ 0,022 % de carbone total;
• 0,040 % de carbone total;
× 0,075 % de carbone total.

La variation est linéaire et nous pouvons écrire :

$$\rho_0 = \frac{R_{H_2}}{R_{N_2}} = \rho_{Fe} + a c \quad [1]$$

où c est la concentration du carbone dissous en poids %

a est une constante ($a = 16$)

ρ_{Fe} doit être la valeur de la résistivité du fer pur ne contenant pas de carbone.

En effet, l'ordonnée à l'origine de la droite de la figure 14 est très voisine de la valeur $\rho = 0,125$ obtenue avec du fer pur électrolytique, après un recuit à 850°C dans l'hydrogène suivi d'un refroidissement lent; nous avons montré que, dans ces conditions, ce fer se comportait comme s'il ne contenait pas de carbone dissous, puisqu'il n'apparaît pas de discontinuité à la limite élastique au cours du vieillissement après déformation. Il faut d'ailleurs remarquer que le fer pur donne pour le rapport des résistivités, des valeurs comprises entre 0,110 et 0,140, fonction en particulier de l'épaisseur ou du diamètre des échantillons (16).

Pour une même température de trempe, les valeurs

obtenues sont sensiblement indépendantes de la teneur totale en carbone, 0,022, 0,040 ou 0,075 %. Les carbures qui se sont formés au cours du recuit qui précède la trempe n'ont donc que très peu d'influence sur le rapport des résistivités.

D'après la figure 14, l'influence du carbone dissous peut se traduire par la relation :

$$\rho_0 = 0,134 + 16 c \quad [2]$$

Ainsi, la mesure du rapport des résistivités électriques aux températures de l'hydrogène et de l'azote liquides permet de suivre la cinétique de la précipitation.

Nous suivrons le plan adopté lors de l'étude des propriétés mécaniques.

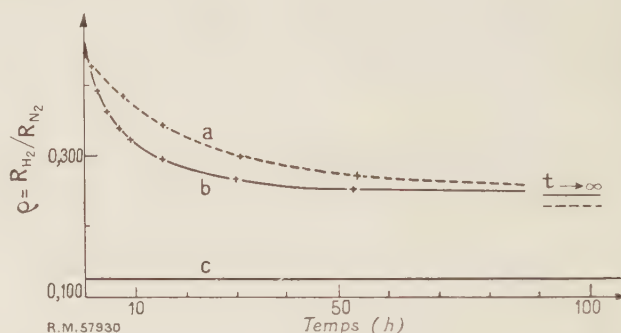


Fig. 15. — Variation de la résistivité pendant le vieillissement à 67°C .

Fer pur électrolytique carburé à 0,022 % :

a) après trempe à 720°C ;

b) après trempe à 720°C et allongement de 4 %.

Fer pur électrolytique, recuit et refroidi lentement (courbe c).

1° Etude de la précipitation du carbone à 67°C .

a) Après trempe depuis 720°C

Une trempe à l'eau depuis 720°C nous place dans les conditions où la plus grande quantité de carbone est susceptible de précipiter de la solution solide de fer α , soit 0,020 % environ.

La figure 15 représente la variation de ρ pour deux échantillons contenant 0,022 % de carbone total, dont l'un a été allongé de 4 % après la trempe. La courbe c est relative à un échantillon de fer pur recuit sous hydrogène, refroidi lentement, puis allongé de 4 %; dans ce cas, le rapport des résistivités reste constant, dans la limite des erreurs expérimentales (chapitre I).

Un résultat important ap-

TABEAU VI. — Influence de l'écrouissage après trempe à 720°C sur la variation de résistivité électrique mesurée au cours du vieillissement à 67°C

Teneur en carbone total	0,022 %		0,075 %				
	0	4	0	0,67	1,33	1,9	4,3
Allongement %	0	4	0	0,67	1,33	1,9	4,3
$(\rho_0 - \rho_\infty) \times 10^3$	201	193	201,5	199	194,5	196,5	194,5

paraît sur la figure 15. Le rapport des résistivités atteint au bout d'un temps très long à 67° C, soit $\rho_{\infty} = 0,240$, est nettement supérieur à celui obtenu avec le fer pur qui donne approximativement 0,125.

L'écroissage après trempe n'agit que sur la vitesse de précipitation; il ne modifie sensiblement pas la valeur initiale ρ_0 obtenue juste après trempe ni la valeur limite ρ_{∞} vers laquelle on tend en fin de précipitation à 67° C. Ainsi, la variation globale de résistivité ($\rho_0 - \rho_{\infty}$) mesurée au cours du vieillissement à 67° C est pratiquement indépendante du taux d'écroissage (tableau VI).

b) Étude cinétique de l'évolution du rapport des résistivités

Nous avons essayé de voir si la variation de ρ peut s'exprimer par une relation du type :

$$(\rho_t - \rho_{\infty}) = (\rho_0 - \rho_{\infty}) \exp (-Kt^n)$$

ρ_0 , ρ_t et ρ_{∞} étant les valeurs du rapport des résistivités aux temps $t=0$ et t et ∞ . La représentation bilogarithmique (fig. 16) permet de déterminer n , pente de la droite représentative. Dans le cas des échantillons non écrouis, n est voisin de 1; il est sensiblement égal à 2/3 pour un taux d'écroissage supérieur à 1 %, et lorsque 40 et 50 % du carbone est déjà précipité.

Les résultats obtenus vérifient donc, en fin de précipitation la loi prévue par Cottrell et Bilby (9) à partir de

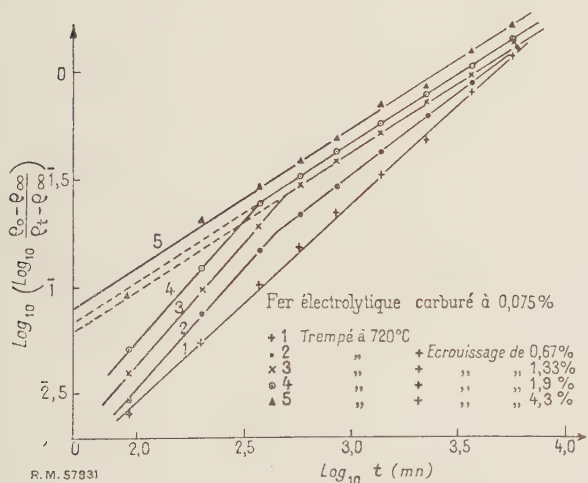


Fig. 16. — Cinétique de la précipitation du carbone au cours d'un vieillissement à 67° C.

TABLEAU VII

Teneur totale en carbone	0,022 %	0,075 %			0,040 %	
Allongement %	4 %	1,33	1,9	4,3	1,9	4,7
$L (cm^{-2}) \times 10^{-10}$	2,76	2,21	2,29	2,63	2,1	2,9

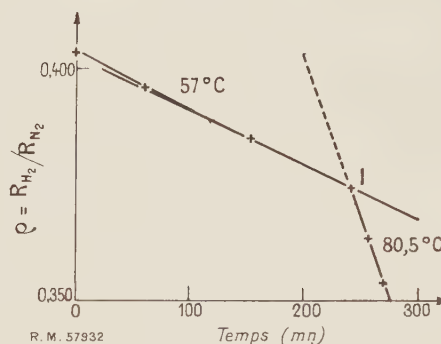


Fig. 17. — Détermination de la chaleur d'activation.

l'interaction des atomes et des dislocations et dont une démonstration plus simple est donnée par Friedel (17). Pour tenir compte de la saturation des dislocations qui apparaît au cours de la précipitation du carbone Harper (7) a proposé une modification qui conduit à :

$$C_t = C_0 \exp \left[-3 \left(\frac{\pi}{2} \right)^{1/3} L \left(\frac{ADt}{kT} \right)^{2/3} \right] \quad [4]$$

avec C_0 et C_t , concentration de carbone en solution aux temps 0 et t ;

L , densité des dislocations;

A , constante dépendant de l'interaction élastique de l'atome de carbone avec une dislocation ($A = 1,5 \cdot 10^{-20}$ dyne $\times$ cm $^{-2}$);

D , coefficient de diffusion du carbone dans le fer α ;

t , temps de vieillissement en secondes;

k , constante de Boltzmann;

T , température de vieillissement en °K;

Dans nos mesures la relation [4] n'est vérifiée qu'en fin de précipitation. Cependant, le calcul de la chaleur d'activation et de la densité des dislocations montre que cette loi est encore applicable aux mesures de résistivité électrique.

D'une part la chaleur d'activation du phénomène de précipitation peut être déterminée en étudiant le vieillissement successivement à 57 puis 80,5° C (fig. 17). D'après [4], le rapport des pentes p/p' varie avec la température suivant la relation :

$$p/p' = \frac{T'}{T} \exp \left[- \frac{Q}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T'} \right) \right]$$

ce qui donne $Q = (19\,600 \pm 1\,000)$ calories/atome-gramme, en bon accord avec la détermination de Wert (18) du coefficient de diffusion du carbone dans le fer α .

D'autre part, nous avons calculé la densité des dislocations à partir de [4] et de la droite de pente 2/3 qui peut être tracée en fin de précipitation sur la figure 15 (tableau VII). Pitsch et Lücke (8), par mesure de frottement intérieur, ont trouvé $L = 2,5 \cdot 10^{10}$ dislocations par cm^2 pour un allongement de 4,8 %. L'accord est donc très satisfaisant.

Ainsi la résistivité électrique donne des résultats comparables à ceux obtenus par frottement intérieur, méthode qui permet de vérifier la relation [4] pendant pratiquement toute la durée de la précipitation. En négligeant les phénomènes qui apparaissent au début de la précipitation, nous pouvons donc admettre que la quantité ($\rho_t - \rho_\infty$) est proportionnelle à chaque instant à la quantité de carbone restant en solution. Nous avons alors :

$$(\rho_t - \rho_\infty) = k c_t = k c_0 \exp (-Kt^{2/3}) \quad [5]$$

avec $k c_0 = \rho_0 - \rho_\infty$

Pour tous les échantillons ($\rho_0 - \rho_\infty$) est peu différent de 0,200 (tableau VI) et la concentration c_0 doit être la concentration initiale maintenue en sursaturation après la trempe depuis 720° C. En effet les mesures de frottement intérieur montrent que tout le carbone précipite de la solution solide au cours d'un vieillissement après trempe, effectué dans les mêmes conditions. Ainsi puisque $c_0 = 0,020$ %, nous obtenons : $k \approx 10$.

Le coefficient k ainsi trouvé est nettement différent du coefficient $a = 16$ déterminé sur la courbe d'étalonnage (fig. 14).

c) Influence de la quantité de carbone précipité sur la résistivité finale

Nous avons déjà signalé que le rapport des résistivités en fin de vieillissement à 67° C est très supérieur au rapport du fer pur. Pour cette raison, les coefficients k et a ne sont pas égaux.

Nous avons alors étudié le vieillissement après trempe depuis différentes températures (5). Le rapport initial ρ_0 mesuré juste après trempe (fig. 14) ainsi que la valeur finale ρ_∞ varient avec la température de trempe. La figure 18 montre que l'excès de résistivité ($\rho_\infty - 0,125$), obtenu après un temps très long à 67° C augmente avec la quantité de carbone qui a précipité au cours du vieillissement; le carbone en excès par rapport à la solubilité à la trempe n'a pas d'influence sur la résistivité finale.

La variation de la résistivité finale avec la quantité,

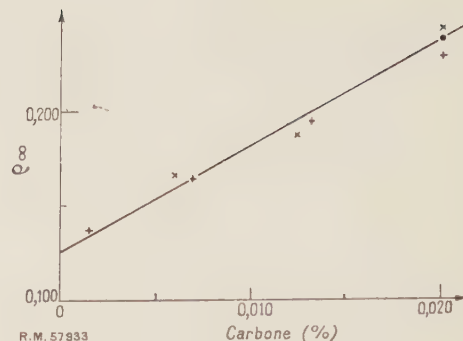


Fig. 18. — Influence de la quantité de carbone précipité sur la résistivité obtenue en fin de vieillissement à 67° C.

en poids %, de carbone qui a précipité se traduit donc par la relation :

$$\rho_\infty = \rho_{Fe} + b c_0 \quad [6]$$

avec $\rho_{Fe} \approx 0,125$ et $b = 5,75$.

Les relations [1], [5] et [6] donnent :

$$\rho_0 - \rho_\infty = (a - b) c_0 = k c_0$$

En effet $a - b = 10,25$ est assez voisin de la valeur trouvée pour k , soit $k \approx 10$. Nous pouvons alors exprimer la variation de ρ_t avec la concentration en carbone c_t qui reste en solution solide au temps t , ce qui donne :

$$\rho_t = \rho_{Fe} + a c_t + b (c_0 - c_t) \quad [7]$$

Dans cette expression, le terme $a c_t$ représente l'influence du carbone qui est encore en solution solide au temps t , tandis que le terme $b (c_0 - c_t)$ représente celle du carbone qui est déjà précipité au même instant.

La relation (7) n'est valable, pour un vieillissement après trempe depuis 720° C et écrouissage, que lorsque la moitié environ du carbone en sursaturation a précipité. Au début, l'influence du carbone précipité sur la résistivité électrique ne s'exprimerait pas par une loi linéaire, ce qui expliquerait que la loi en $\exp (-Kt^{2/3})$ ne soit pas suivie.

Ainsi l'étude quantitative de l'évolution du rapport des résistivités électriques mesurées aux très basses températures montre que le carbone qui précipite au cours du vieillissement à 67° C agit fortement sur les propriétés électriques; une loi simple a pu être tirée. Nous rappellerons que, dans les mêmes conditions, les propriétés mécaniques étaient aussi notablement modifiées.

2° Etude de la précipitation du carbone aux températures supérieures à 100° C.

La résistivité électrique atteinte pour un vieillissement à 67° C après trempe à 720° C n'évolue pratiquement pas si le vieillissement est prolongé pendant deux mois

à la même température. Ce résultat a déjà été constaté lors de l'étude des propriétés mécaniques.

Une évolution apparaît cependant au cours d'un vieillissement ultérieur à température plus élevée (19).

C'est ainsi que pour un échantillon trempé depuis 720° C, allongé de 1 % et vieilli 10 jours à 100° C, nous obtenons $\rho = 0,240$. Nous lui faisons subir alors des vieillissements successifs d'une semaine environ à des températures croissantes comprises entre 100 et 150° C; les valeurs obtenues pour ρ sont indiquées dans le tableau VIII; nous voyons que le rapport des résistivités électriques évolue très lentement, dans ce domaine de températures. Par contre, un jour à 300° C suffit pour faire baisser notablement la résistivité et obtenir une valeur voisine de celle du fer pur.

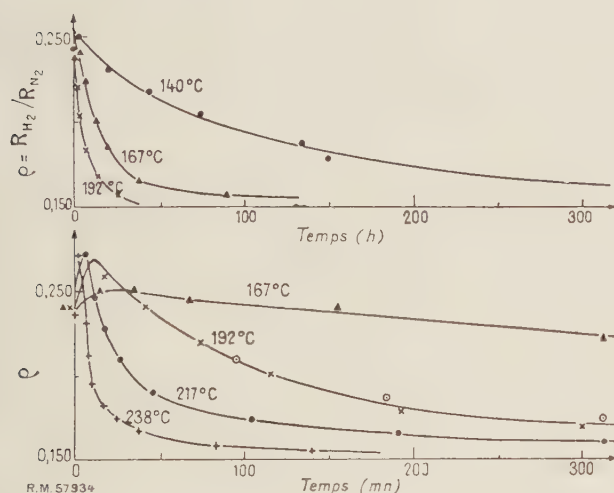


Fig. 19. — Variation de la résistivité après un vieillissement préliminaire de deux mois à 67° C.

Cette expérience confirme que l'état vieilli atteint après un vieillissement à des températures inférieures à 100° C est donc relativement stable puisque l'évolution ultérieure, à des températures un peu supérieures à 100° C, est très lente.

Nous nous proposons de préciser ce phénomène en étudiant successivement deux cas :

a) Evolution de la résistivité à une température supérieure à 100° C après un vieillissement préalable à 67° C.

Les échantillons de fer électrolytique contenant

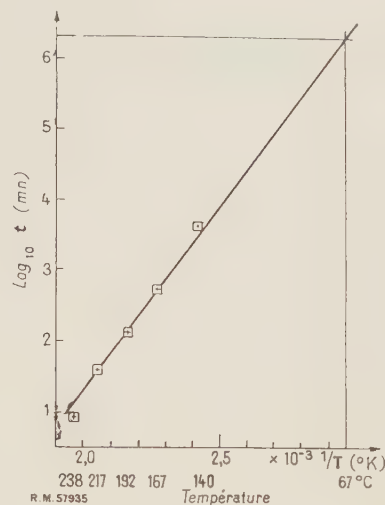


Fig. 20. — Détermination de la chaleur d'activation dans le cas de la fig. 19 (t est le temps nécessaire pour que ρ atteigne la valeur 0,200).

0,075 % de carbone sont trempés à l'eau depuis 720° C. Ils sont vieillis à 67° C pendant deux mois, afin de nous assurer que la valeur ρ_{∞} est bien constante. Après ce traitement préliminaire, le rapport des résistivités a sensiblement la même valeur pour les cinq échantillons ($0,0240 \pm 0,003$). L'évolution ultérieure est étudiée à 140, 167, 192, 217 et 238° C (fig. 19).

Au début, on observe une augmentation sensible du rapport des résistivités, qui passe de 0,240 à 0,265 après 2 mn à 217° C par exemple; cette augmentation indique probablement une redissolution des précipités formés à 67° C. Ensuite, la résistivité diminue pour atteindre la valeur 0,150 qui est un peu supérieure à la valeur du fer pur. On notera, en particulier, qu'il faut prolonger le revenu à 140° C pendant plus de 300 h pour que ρ devienne égal à 0,150.

Pour calculer la chaleur d'activation de l'évolution de la résistivité dans cette seconde phase de la précipitation,

TABLEAU VIII. — Evolution de la résistivité électrique au cours de revenus successifs (l'échantillon est préalablement trempé depuis 720° C, allongé de 1 % et vieilli 10 jours à 100° C ($\rho_{\infty} = 0,450$ aussitôt après la trempé)).

Durée (jours).....	10	10	8	8	8	1
Température ° C.....	100	115	125	135	147	300
Résistivité.	0,240	0,216	0,203	0,185	0,170	0,133

nous supposons que le temps t nécessaire pour atteindre une valeur ρ est lié à la température par la relation $t \exp (-Q/RT) = \text{constante}$. La chaleur d'activation ainsi calculée pour différentes valeurs de ρ comprises entre 0,240 et 0,150 est $Q = (22\,000 \pm 2\,000)$ cal/mole. La figure 20 représente le cas où $\rho = 0,200$. Cette seconde phase de la précipitation semble donc encore être sous la dépendance de la diffusion du carbone.

Si nous extrapolons à 67° C la droite de la figure 20, nous voyons qu'il faudrait prolonger le vieillissement à cette température pendant environ trois années pour que le rapport des résistivités ait diminuée jusqu'à 0,200. Si cette extrapolation est valable, c'est-à-dire si nous admettons que la diminution de la résistivité entre 0,240 et 0,150 puisse être observée à 67° C, il apparaît néanmoins que l'état de la précipitation que nous obtenons au cours d'un vieillissement à 67° C est relativement très stable.

b) Étude de la précipitation à des températures supérieures à 100° C aussitôt après la trempe depuis 720° C

Les échantillons utilisés contiennent 0,075 % de carbone total.

La figure 21 représente la variation de la résistivité dans le cas d'échantillons qui après la trempe depuis 720° C, n'ont pas été écrouis ou ont été allongés de 1 %.

Dans les deux cas, nous observons une diminution rapide de la résistivité jusqu'à $\rho = 0,240$ environ, puis une évolution beaucoup plus lente jusque vers $\rho = 0,150$ (l'échelle des temps est logarithmique). Ce phénomène est particulièrement net entre 100 et 160° C; pour ces températures on notera l'existence d'un palier entre les deux domaines d'évolution de la résistivité.

La chaleur d'activation peut se déterminer comme précédemment. Pour la première partie du phénomène ($0,450 > \rho > 0,240$) nous trouvons :

$Q = (19\,300 t \pm 1\,000)$ cal/mole pour les échantillons vieillis sans écrouissage et $(19\,400 \pm 2\,000)$ cal/mole pour ceux qui ont été allongés de 1 % après trempe; cette valeur est précisément la chaleur d'activation pour la diffusion du carbone que nous avons déterminée par une autre méthode (fig. 17) lors de l'étude de la précipitation à 67° C.

De plus, il est remarquable que la transition entre les deux stades de la précipitation apparaisse pour $\rho \approx 0,240$, valeur obtenue après vieillissement à 67° C. Il semble donc que les précipités qui se forment lorsque la résistivité évolue entre 0,450 et 0,240 ont la même influence sur la résistivité électrique, quelle que soit la température de vieillissement.

Les mesures de résistivité électrique aux très basses températures confirment donc l'existence des deux stades dans la précipitation du carbone qui ont été mis en évidence par l'étude des propriétés mécaniques.

De plus, pour des conditions de trempe et d'écrouis-

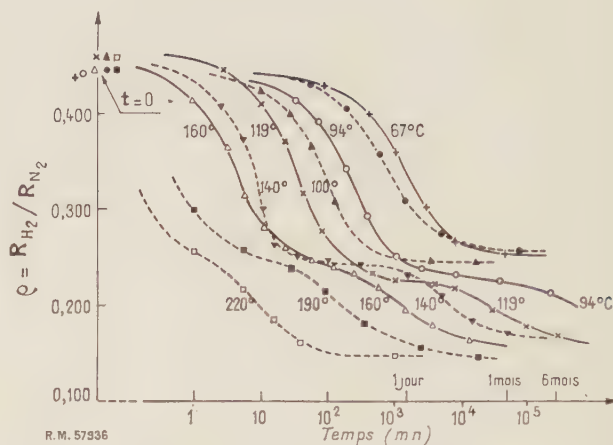


Fig. 21. — Influence de la température sur l'évolution de la résistivité électrique.

Fer pur électrolytique carburé à 0,075 % :

— après trempe à 720° C;

--- après trempe à 720° C et allongement de 1 %.

sage identiques, le tableau IX montre que les temps nécessaires pour que Δ atteigne sa valeur maximale (fig. 13) et que ρ soit égale à 0,240 sont comparables (ce dernier temps est déterminé par extrapolation des résultats obtenus à 67° C et est calculé pour un écrouissage de 4 % environ).

Ainsi la diminution de la résistivité électrique de 0,450 à 0,240 correspond sensiblement à l'augmentation des propriétés mécaniques. Le deuxième stade de l'évolution de la résistivité ($0,150 < \rho < 0,240$) coïncide avec la diminution du durcissement Δ .

C. — ÉTUDE AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE

Nous avons examiné au microscope électronique (6) des échantillons correspondant aux différentes étapes de vieillissement que nous avons mises en évidence par les deux méthodes précédentes.

TABLEAU IX. — Comparaison des résultats obtenus par l'étude des propriétés mécaniques et électriques

	140° C	220° C
Temps pour que Δ soit maximal	30 minutes	30 à 45 secondes
Temps pour que $\rho = 0,240$ après 4 % d'écrouissage (fin du premier stade).	25 à 75 minutes	36 à 90 secondes

Les échantillons de fer électrolytique carburé sont préparés dans les mêmes conditions que précédemment. Après trempe à l'eau depuis 720° C, ils sont vieillis respectivement un mois à 70° C ($\rho = 0,240$), 28 mn à 160° C (ce qui correspond au milieu du palier qui apparaît dans l'évolution de la résistivité : $\rho = 0,240$) et 48 h à 220° C ($\rho = 0,150$).

Ils sont d'abord polis mécaniquement, sous courant d'eau, jusqu'au palier 600, puis électrolytiquement dans le bain acétoperchlorique de Jacquet 95 % acide acétique cristallisable et 5 % acide perchlorique). Après attaque au nital 2 % pendant 10 s nous prenons une empreinte de la surface de l'échantillon que nous examinons en transmission au microscope électronique.

Nous avons utilisé concurremment les techniques de répliques directes au carbone ou de répliques doubles aluminium-carbone. Les répliques directes au carbone sont détachées par immersion dans une solution alcoolique de brome à 10 %. Dans le cas des répliques aluminium-carbone, la pellicule de carbone est détachée de son support d'aluminium dans une solution à 30 % d'acide nitrique (20).

Aucun précipité n'a pu être décelé sur les échantillons vieillis à 70° C même après attaque prolongée dans le nital à 2 % qui produit de nombreuses petites piqûres de corrosion (fig. 22).

De petits précipités apparemment orientés suivant des directions privilégiées — en accord avec les observations de Pitsch (21) — sont visibles sur l'échantillon vieilli 28 mn à 160° C (fig. 23). Le temps de vieillissement de cet échantillon correspondant à la fin du premier stade, il faut admettre que les précipités ont commencé à coalescer. L'étude des propriétés mécaniques (fig. 13) nous avait déjà fait envisager ce début de coalescence au cours du premier stade.



Fig. 22. — Vieilli un mois à 70° C. $\times 20\,000$.
(Réduction de 1/5^e à la reproduction.)



Fig. 23. — Vieilli 28 mn à 160° C. $\times 20\,000$.
(Réduction de 1/5^e à la reproduction.)

L'examen de l'échantillon vieilli à 220° C montre des précipités nettement plus gros que précédemment (fig. 24). Signalons qu'un échantillon qui a subi deux vieillissements successifs — 30 jours à 70° C puis 48 h à 220° C — présente le même aspect micrographique que l'échantillon vieilli directement à 220° C.

D. — DISCUSSION DES RÉSULTATS ET CONCLUSIONS

Ainsi la précipitation du carbone à partir d'une solution solide sursaturée de fer α est un phénomène discontinu : nous observons d'abord une évolution rapide des propriétés mécaniques et électriques, puis une évolution beaucoup plus lente. Ce résultat reste vrai, que l'échantillon ait été ou non écroui après la trempe.

Pour des températures de vieillissement inférieures à 100° C, la variation des caractéristiques mécaniques est très importante et par microscopie électronique aucun précipité n'est décelé à des grossissements de l'ordre de 50 000. Dans les mêmes conditions, la résistivité électrique obtenue est très nettement supérieure à celle du fer pur ; par ailleurs, l'influence sur le rapport des résistivités électriques des précipités formés au cours du vieillissement à 67° C est indépendante du taux d'écrouissage après trempe (tableau VI). Or, dans le fer non écroui, la précipitation s'effectue par germination et croissance de particules de carbures dont le nombre et les dimensions peuvent être déterminés à partir de la vitesse de précipitation (22), (23) ; ainsi quand la précipitation est effectuée à des températures inférieures à 100° C, on obtient 10^{10} à 10^{13} particules par cm^3 qui, si on les suppose sphériques, ont 400 et 100 Å de rayon. Les valeurs de résistivité électrique indiquées dans le tableau VI permettent déjà de supposer qu'un état identique est atteint au cours de la précipitation dans une matrice écrouie ; dans

ce cas pour expliquer la forte résistivité mesurée après le vieillissement à 67° C ($\rho = 0,240$) une autre hypothèse pourrait être envisagée : la formation de « nuages de Cottrell », c'est-à-dire un enrichissement en carbone au voisinage des dislocations. Ce type de ségrégation est cependant difficilement concevable. En effet, on peut calculer que, pour un échantillon allongé de 4 % et contenant $2,7 \cdot 10^{10}$ dislocations par cm^2 , il devrait y avoir, en fin de vieillissement, 70 atomes de carbone par plan atomique que coupe la dislocation; deux atomes suffisant pour relaxer l'énergie élastique de la dislocation, celle-ci devrait être très vite saturée; pour qu'elle puisse continuer à attirer les atomes de carbone jusque vers la fin de la précipitation, nous devons donc supposer la formation de carbures en certains points des dislocations. Ces imperfections structurales catalysent la germination (24); les micrographies de Jacquet (25) sur la décoration des dislocations par les précipités θ' dans les alliages Al-Cu illustrent bien ce phénomène qui a été justifié, par ailleurs, en calculant l'énergie d'activation pour la germination d'une seconde phase sur une dislocation (26), ou en considérant les interactions non linéaires qui existent près des dislocations (27). Comme de plus la concentration en atomes de carbone est plus élevée au voisinage des dislocations, la probabilité de formation de germes de précipités y sera plus grande; les carbures doivent se développer assez rapidement par cheminement des atomes de carbure le long des dislocations, le processus lent étant certainement la diffusion des atomes de carbone vers les dislocations, ce qui explique que la loi en $\exp(-Kt^{2/3})$ soit suivie jusque vers la fin de la précipitation.

Une précipitation fine de carbure apparaît donc vraisemblablement au cours du vieillissement à 67° C. Le durcissement qui en résulte a été déterminé à partir d'éprouvettes écrouies après la trempe. Dans ce cas, à cause de la grande densité de dislocations présentes, le nombre de particules formées doit être assez élevé (28),

de l'ordre de 10^{15} par cm^3 ; elles sont distantes de 1 000 Å environ.

Nous pouvons alors interpréter la variation des caractéristiques mécaniques à l'aide de la théorie de Mott et Nabarro sur la dureté d'un cristal contenant des impuretés réparties uniformément; les dislocations prennent un contour sinueux autour de ces sources de contraintes internes et la théorie prévoit que le durcissement sera maximal lorsque la distance entre les particules précipitées est de l'ordre de grandeur du rayon de courbure minimal des dislocations (17). Ce rayon dépend d'une part de l'interaction élastique entre les dislocations et les atomes de carbone, par le facteur de taille ϵ , d'autre part de la fraction d'atomes, f , compris dans les précipités : $r = b/\epsilon f$ où b est le vecteur de Burgers; ϵ est voisin de 0,5 d'après le calcul de Cottrell et Bilby (9) et f est égal à 3,10 si on admet que le carbone maintenu en sursaturation après trempe à 720° C (0,020 % en poids) précipite sous forme de cémentite Fe_3C ; ainsi le rayon de courbure des dislocations — soit 1 700 Å — est comparable à la distance entre particules. Ceci expliquerait l'augmentation importante des propriétés mécaniques observées pour des températures de vieillissement inférieures à 100° C.

Lorsque la précipitation est étudiée à des températures plus élevées la microscopie électronique révèle la présence de précipités (fig. 23) bien que nous notions encore une augmentation des propriétés mécaniques. Lorsque la température de vieillissement augmente, le nombre de particules diminue, probablement par coalescence, la distance moyenne entre chaque précipité devient supérieure au rayon de courbure limite des dislocations, et le durcissement est faible; c'est ainsi que d'après la micrographie de la figure 23 on peut calculer que les précipités visibles sont distants en moyenne de 5000 Å.

Toutefois, la coalescence qui apparaît au début de la précipitation, dans le cas où la température de vieillissement est supérieure à 100° C, semble ne pas avoir d'influence mesurable sur les mesures de résistivité électrique : le palier observé sur les courbes de la figure 21, a, en particulier, sensiblement la même ordonnée. Un calcul approximatif de Pitsch (29) montre que l'influence des précipités sur la résistivité électrique doit être la même, pour une même quantité précipitée, quelle que soit la taille de chaque particule; il permet de comprendre pourquoi l'ordonnée entre les deux stades de la précipitation est indépendante de la température de vieillissement. Toutefois, l'évolution ultérieure de la résistivité ($\rho < 0,240$) n'est pas interprétée par ce calcul qui ne doit être vrai que lorsque les précipités ne sont pas trop coalescés.

On pourrait penser que les deux domaines de variation de la résistivité électrique que nous avons mis en évidence sont dus chacun à une phase distincte, le carbure ϵ et la cémentite Fe_3C respectivement. Mais, d'après les travaux de diffraction électronique de Tsou, Nutting et Menter (30) il semble que le carbure ϵ existe

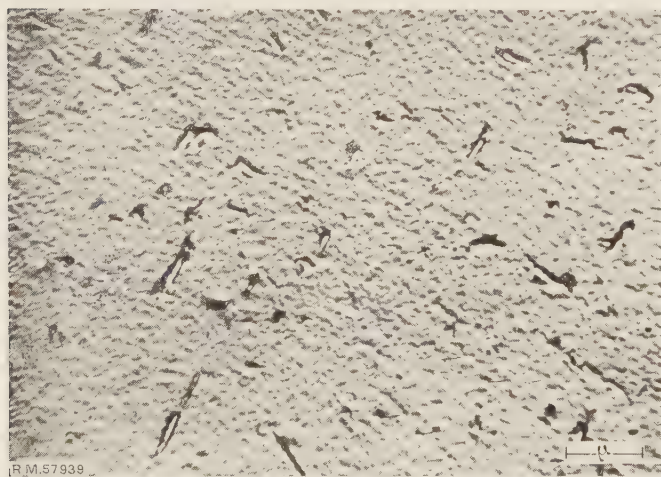


Fig. 24. — Vieilli 48 h à 220° C. $\times 20\,000$.
(Réduction de 1/5° à la reproduction.)

encore après un vieillissement de 15 h à 200° C : ce serait même après ce traitement qu'il serait le plus net sur les clichés. Ainsi, pour les températures de vieillissement que nous avons considérées, seul précipite le carbure ϵ hexagonal que Jack (31) a mis en évidence lors du revenu d'un acier martensitique; ce carbure, dont la composition est peu différente de Fe_3C , est cohérent vis-à-vis de la martensite qui lui donne naissance.

Dans le cas de la précipitation à partir d'une solution solide sursaturée de fer α , il est probable qu'une relation cristallographique existe encore entre le carbure ϵ

et la matrice. Cette cohérence explique sans doute la grande influence sur la résistivité électrique des précipités submicroscopiques qui se forment au début du vieillissement, en particulier quand la température du vieillissement est faible. Puis les particules de carbure ϵ se développant, les contraintes qui existent à l'interface deviennent trop élevées et alors apparaissent des précipités incohérents par rapport à la matrice qui les entourent; l'influence sur la résistivité électrique deviendrait alors négligeable.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) Ph. ALBERT. — *Rev. Métallurg.*, **50** (1953), 829.
- (2) L. MOREAU, J. TALBOT et J. BOURRAT. — *Rev. Métallurg.*, **50** (1953), 775.
- (3) C. A. WERT. — *J. Metals*, **2** (1950), 1243.
- (4) B. MIGAUD et J. TALBOT. — *C. R. Acad. Sci. France*, **245** (1957), 2282.
- (5) B. MIGAUD et M. WINTENBERGER. — *C. R. Acad. Sci. France*, **246** (1958), 425.
- (6) B. MIGAUD, C. MESSEGER et J. TALBOT. — *C. R. Acad. Sci. France*, **248** (1959), 1664.
- (7) S. HARPER. — *Phys. Rev.*, **83** (1951), 709.
- (8) W. PITSCH et K. LUCKE. — *Archiv. Eisenhüttenwes.*, **27** (1956), 45.
- (9) A. H. COTTRELL et B. A. BILBY. — *Proc. Roy. Soc.*, **A 62** (1949), 49.
- (10) C. A. WERT et C. ZENER. — *J. Appl. Phys.*, **21** (1950), 5.
- (11) W. GRUHL. — *Z. Metallkde.*, **41** (1950), 171.
- (12) H. J. SEEMANN et W. DICKENSHEID. — *Rev. Métallurg.*, **49** (1952), 379.
- (13) C. A. WERT. — Seminar on Thermodynamics in Physical Metallurgy Amer. Soc. Met. Cleveland, (1950), 178.
- (14) M. CARON. — Thèse, Paris (1956), Publ. Scient. et Techn. du Minist. de l'Air, n° 328 (1957).
- (15) M. WINTENBERGER. — Thèse, Paris (1958).
- (16) F. MONTARIOL. — Communication privée.
- (17) J. FRIEDEL. — Les dislocations, Gauthier-Villars Ed., Paris (1956).
- (18) C. A. WERT. — *Phys. Rev.*, **79** (1950), 601.
- (19) B. MIGAUD. — *C. R. Acad. Sci. France*, **247** (1958), 1003.
- (20) R. SIFFERLEN. — Thèse, Paris (1958).
- (21) W. PITSCH. — *Acta Met.*, **5** (1957), 175.
- (22) W. DAHL et K. LUCKE. — *Z. Metallkde.*, **25** (1954), 241.
- (23) R. H. DOREMUS. — *Acta Met.*, **5** (1957), 393.
- (24) D. TURNBULL. — Impurities and Imperfections A.S.M., Cleveland (1955), 121.
- (25) P. A. JACQUET, A. R. WEILL et J. CALVET. — *C. R. Acad. Sci. France*, **247** (1958), 1001.
- (26) J. W. CAHN. — *Acta Met.*, **5** (1957), 169.
- (27) R. THOMSON. — *Acta Met.*, **6** (1958), 23.
- (28) R. H. DOREMUS. — *Acta Met.*, **6** (1958), 674.
- (29) W. PITSCH. — *Acta Met.*, **3** (1955), 542.
- (30) A. L. TSOU, J. NUTTING et J. W. MENTER. — *J. Iron Steel Inst.*, **172** (1952), 163.
- (31) K. H. JACK. — *J. Iron Steel Inst.*, **169** (1951), 26.

CHAPITRE III

APPLICATION DE LA MÉTHODE DE MESURE DE LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE
A L'ÉTUDE DE LA PRÉCIPITATION DANS L'ALLIAGE Al-Cu A 4 % DE CUIVRE

La précipitation du cuivre à partir d'une solution solide sursaturée d'un alliage Al-Cu à 4 % a déjà fait l'objet de nombreuses études. La dureté évolue avec la température comme l'indique la figure 25 tirée des travaux de Gayler et Parkhouse (1); l'analogie avec la variation des caractéristiques mécaniques au cours de la précipitation du carbone dans le fer (fig. 13) est évidente. Pour des températures de revenu élevées, la dureté passe par un maximum dont l'ordonnée diminue quand

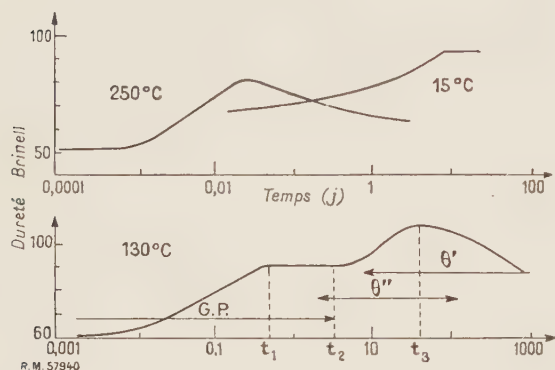


Fig. 25. — Variation de la dureté au cours de la précipitation du cuivre.

la température augmente. Toutefois, dans le cas des alliages Al-Cu, la précipitation est plus complexe; les rayons X ont mis en évidence plusieurs phases intermédiaires: les zones de Guinier Preston, les phases θ'' , θ' et θ . Silcock, Heal et Hardy (2) ont étudié systématiquement aux rayons X, la nature des précipités qui apparaissent au cours de l'évolution de la dureté; leurs résultats pour 130°C sont reportés sur la figure 25, l'augmentation de la dureté après le palier correspond à la formation de θ'' à partir des zones G.P.. θ' commence déjà à apparaître dont l'effet ultérieur est de faire diminuer la dureté.

Il était intéressant de reprendre l'étude du durcissement structural des alliages Al-Cu en suivant l'évolution de la résistivité électrique mesurée aux très basses températures. Dans ce chapitre nous voulons seulement montrer que cette méthode est très sensible pour déceler

une précipitation discontinue; elle ne permet évidemment pas de préciser la nature des précipités qui se forment, aussi nous comparerons nos résultats à ceux que d'autres auteurs ont obtenus par rayons X (2), (3), (4).

Conditions opératoires.

L'alliage étudié est obtenu à partir de métaux de haute pureté, de l'aluminium 99,996 % et du cuivre OFHC. Il est préparé à partir d'un alliage mère à 12 %; après homogénéisation par fusions et coulées successives, la teneur en cuivre est déterminée par voie chimique sur des prélèvements faits en différents endroits du lingot; nous obtenons ainsi un alliage à $(4,1 \pm 0,03)$ % de cuivre.

Le lingot est laminé jusqu'à 1,5 mm, en effectuant des recuits intermédiaires entre chaque passe de laminage. Par tréfilage, nous obtenons alors des fils de 0,42 mm de diamètre et de 20 cm de long avec lesquels sont effectuées les mesures de résistivité électrique.

Des essais préliminaires nous ont montré que dans le cas de l'alliage Al-Cu 4 %, il faut mesurer le rapport

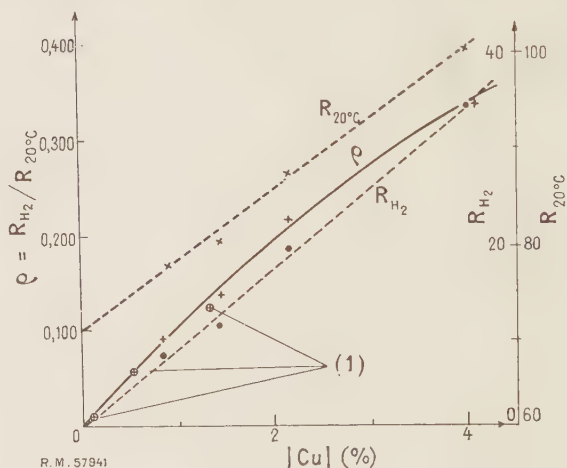


Fig. 26. — Influence de la concentration en cuivre dissous sur $R_{20^\circ\text{C}}/R_{H_2}$ et sur $\rho = R_{H_2}/R_{20^\circ\text{C}}$

(1) Valeurs obtenues avec des alliages à 0,09, 0,5 et 1,3 % de Cu après trempe depuis 520°C.

$R_{H_2}/R_{20^\circ C}$ des résistivités de l'hydrogène liquide et à l'ambiante, et non plus R_{H_2}/R_{N_2} . Le tableau X donne les valeurs des résistances aux trois températures considérées et leur rapport pour trois étapes de la précipitation; les valeurs des résistances sont relatives, en prenant 100 pour la résistance à $20^\circ C$ obtenue après trempe à l'eau.

La partie intéressante de l'étude de la résistivité se situe entre les étapes *a* et *b*; la variation correspondante des rapports des résistivités est assez faible, soit 0,030 à 0,040. La mesure de ces rapports se fait avec

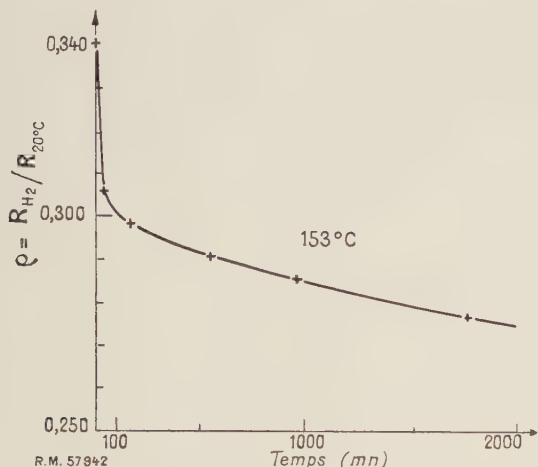


Fig. 27. — Précipitation du cuivre à $153^\circ C$, après trempe à l'eau.

une précision constante de l'ordre de 1 %. Pour les trois rapports ρ_1 , ρ_2 , ρ_3 , l'erreur absolue est alors de 8,2, 3,9 et $3,2 \cdot 10^{-3}$ respectivement et elle représente les 27, 11 et 8 % de la variation ($\rho_a - \rho_b$). Afin d'étudier avec précision le début de la précipitation, nous voyons

TABEAU X

	Après trempe à l'eau à $520^\circ C$ (a)	Fin d'évo- lution à $80-100^\circ C$ (b)	Fin d'évo- lution à $205^\circ C$ (c)	$\rho_a - \rho_b$
$R_{20^\circ C}$	100	97	76	
R_{N_2}	41	36,4	11,8	
R_{H_2}	34	29,1	4,8	
$2 = R_{H_2}/R_{N_2}$	0,830	0,800	0,406	0,030
$2 = R_{H_2}/R_{20}$	0,410	0,375	0,150	0,035
$3 = R_{H_2}/R_{20}$	0,340	0,300	0,063	0,040

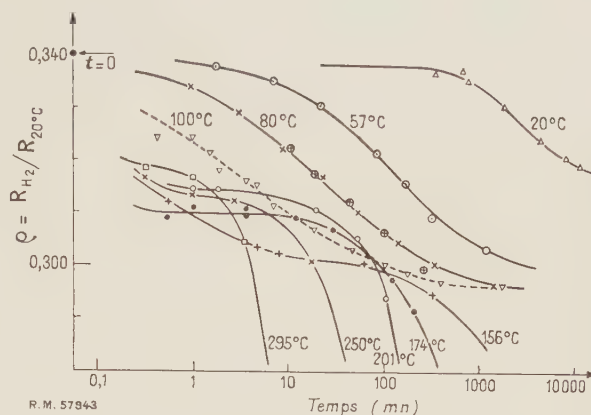


Fig. 28. — Evolution initiale de la résistivité électrique. après trempe à l'eau $0,300 < \rho < 0,340$.

donc qu'il est nécessaire de considérer le rapport R_{H_2}/R_{20} qui dans ce chapitre sera encore désigné par la lettre ρ .

La mesure à $20^\circ C$ est effectuée en plongeant le fil et son porteur dans un bain de trichloréthylène dont la température est, à chaque mesure, ajustée à : $(20 \pm 0,02)^\circ C$.

Nous considérerons successivement la précipitation après trempe à l'eau et après trempe à l'air.

A. — PRÉCIPITATION APRÈS TREMPÉ A L'EAU

Les échantillons sont recuits dans un four vertical dont la température est constante sur 20 cm à $\pm 10^\circ C$ près. Ils tombent, de par la pesanteur, dans un bain d'eau à

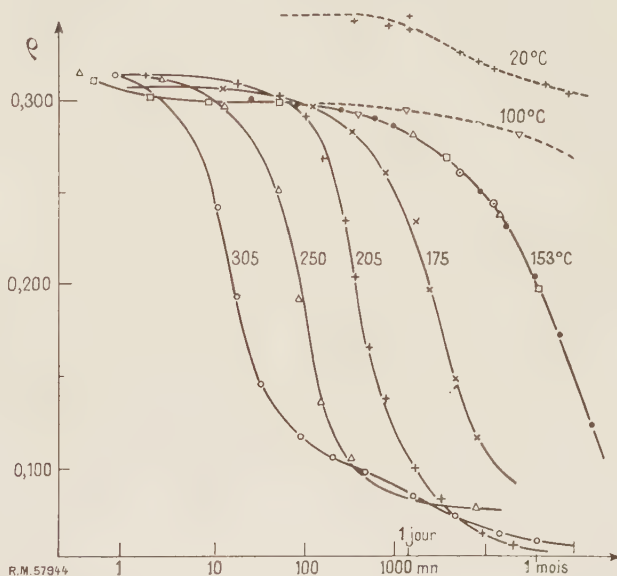


Fig. 29. — Evolution de la résistivité électrique en fin de précipitation du cuivre aux températures supérieures à $150^\circ C$. ($\rho < 0,300$).

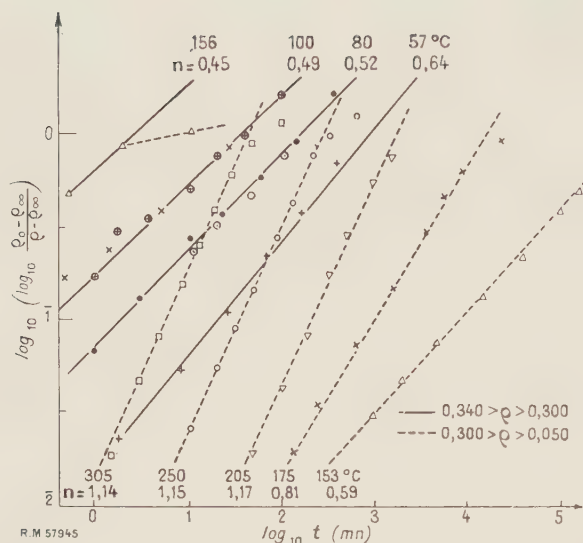


Fig. 30. — Cinétique de l'évolution de la résistivité électrique dans les deux domaines considérés.

température ambiante situé au bas du four à 40 cm de la zone de chauffe. Ces conditions définissent la trempe à l'eau. Les fils sont conservés dans l'azote liquide avant chaque étude.

La figure 26 montre la variation des grandeurs $R_{20^\circ\text{C}}$, R_{H_2} et $\rho = R_{\text{H}_2} / R_{20^\circ\text{C}}$ avec la teneur en cuivre maintenu en sursaturation par trempe à différentes températures de l'alliage à 4 %; ces teneurs sont déterminées d'après les données de Mondolfo (5) ou Borélius (6) sur la solubilité du cuivre dans l'aluminium. La variation de ρ n'est pas tout à fait linéaire. Nous avons porté sur cette figure quelques valeurs de ρ obtenues après trempe à 520°C , d'alliages à 0,09 — 0,5 et 1,3 % de cuivre. Ces points se situent assez bien sur la courbe représentative de ρ .

1) Influence de la température de vieillissement.

a) Résultats expérimentaux

La figure 27 montre qu'au cours d'un revenu à 153°C après trempe à l'eau, le rapport diminue très rapidement de 0,340, valeur après trempe, jusque vers 0,300; la variation est ensuite beaucoup plus lente. Ce phénomène est absolument général quelle que soit la température de revenu, que nous avons considérée, comprise entre 20 et 300°C , comme le montrent les figures 28 et 29 qui représentent la variation de ρ dans les deux domaines envisagés.

Pour les températures de précipitation inférieures à 100°C , nous n'observons que la première partie de l'évolution, celle-ci n'étant d'ailleurs pas tout à fait ache-

vée après deux mois à 20°C . Aux températures supérieures, par contre, les deux domaines de variations sont nettement distincts; mais l'ordonnée du point de transition augmente avec la température de revenu lorsque celle-ci est suffisamment élevée, en relation probablement avec le phénomène de réversion.

La reproductibilité des mesures est très satisfaisante comme nous pouvons le voir sur les figures précédentes où, pour 80 et 153°C , par exemple, nous avons reporté les résultats obtenus avec différents échantillons. Une étude cinétique est donc possible (fig. 30); la loi de variation de ρ est en $\exp(-At^n)$ avec $n = 0,5$ et $1,15$ pour $0,340 > \rho > 0,300$ et $\rho < 0,300$ respectivement les chaleurs d'activation sont de $(20\,000 \pm 2\,000)$ et $(18\,500 \pm 500)$ calories/atome-gramme. Cependant lorsque ρ est inférieur à $0,300$, les résultats obtenus à 175° et surtout à 153°C divergent notablement par rapport à ceux obtenus pour les températures supérieures; la cinétique est différente et la chaleur d'activation devient nettement supérieure à $30\,000$ cal/at.-gr. (fig. 31).

b) Interprétation des résultats

D'après Graf et Guinier, aux températures inférieures ou égales à 100°C , il ne se forme exclusivement que des zones de Guinier-Preston, pour des temps de revenu allant jusqu'à deux mois. Ce sont des amas plans d'atomes de cuivre, d'épaisseur de 2 à $3\text{ \AA}$ et dont le diamètre $\varnothing$ varie quelque peu avec le temps et la température de revenu. A 25°C , les traînées caractéristiques des zones GP auraient leur intensité maximum vers 70 – 100 h et $\varnothing$ serait égal à $45\text{ \AA}$. Après 24 h et 16 jours à 100°C le diamètre serait respectivement de 35 et $85\text{ \AA}$. Aux températures supérieures à 100°C et lorsque

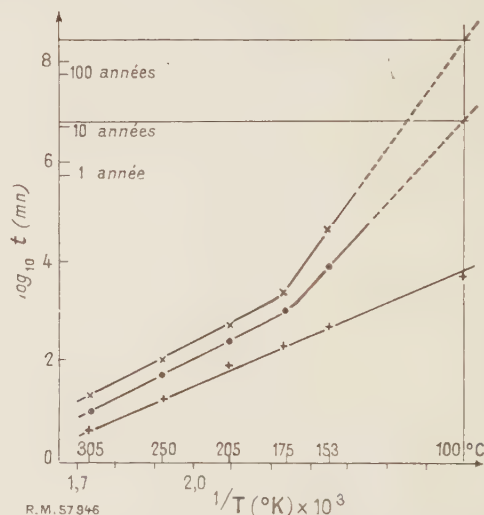


Fig. 31. — Détermination de la chaleur d'activation dans le domaine $\rho < 0,300$ (t est le temps nécessaire pour que le rapport des résistivités électriques soit égal à 0,290 (+), 0,250 (•) et 0,200 (x)).

les zones apparaissent d'abord, leur diamètre peut atteindre 500 Å.

Il semble donc raisonnable d'attribuer la variation de ρ entre 0,340 et 0,300 à la formation des zones G P et à leur développement. Il est remarquable que pour une température supérieure ou égale à 150° C, la transition entre les deux domaines de variation de la résistivité est indépendante de la température de vieillissement, donc du diamètre des zones; ainsi la résistivité électrique ne dépendrait que de la nature des précipités formés et non de leur grosseur (7). A 20° C, l'évolution de la résistivité ne commence à être mesurable qu'après 24 h; pour des temps plus courts, nous avons noté une légère augmentation du rapport $R_{H_2}/R_{20^\circ C}$ pouvant atteindre 1 %, inférieure à celle trouvée par d'autres auteurs (8).

Nous remarquerons par ailleurs que la variation de la résistivité au cours de la formation des zones G P suit sensiblement une loi en $\exp(-At^{0.5})$ caractéristique de l'élimination des lacunes dans l'aluminium (9), (10). Or, la formation relativement rapide des zones de Guinier-Preston s'explique par l'existence des lacunes maintenues en sursaturation au cours de la trempe à l'eau (11), (12); notre résultat pourrait confirmer que la précipitation du cuivre est gouvernée par l'évolution des lacunes. Toutefois, la chaleur d'activation que nous avons déterminée ($20\,000 \pm 200$) cal/at.g est supérieure à celle que l'on admet généralement pour la diffusion des lacunes dans l'aluminium pur, soit ($13\,000 \pm 500$) cal/at.g; mais il est probable que la présence d'impuretés modifie la mobilité des lacunes; l'élimination des lacunes est en effet beaucoup plus lente dans un aluminium impur (13), les lacunes ayant tendance à rester au voisinage des atomes de soluté.

Considérons maintenant la deuxième phase de l'évolution du rapport ρ des résistivités pour les températures supérieures à 150° C. Cette évolution doit être reliée à l'apparition des phases θ'' et θ' . Ainsi les traînées dues aux zones G P ont atteint leur intensité maximum au bout de une à dix heures de revenu à 150° C; la phase θ'' commence alors à être visible aux rayons X; d'après la figure 28 et pour 153° C, ρ serait alors compris entre 0,300 et 0,292. Ainsi la variation de ρ de 0,340 à 0,300 semble bien effectivement correspondre à la formation des zones G P. La comparaison avec les mesures quantitatives que Graf a pu faire par rayons X ne peut guère être poussée plus loin; les deux phases θ'' et θ' peuvent exister simultanément pendant une partie du revenu. Les rayons X permettent de distinguer les deux

TABLEAU XI. — Valeur de la résistivité $\rho = R_{H_2}/R_{20^\circ C}$ pour les temps t_1 , t_2 , t_3 relatifs aux courbes de dureté (cf. fig. 25) (ces temps en minutes sont tirés des travaux de Gayler et Parkhouse) (1).

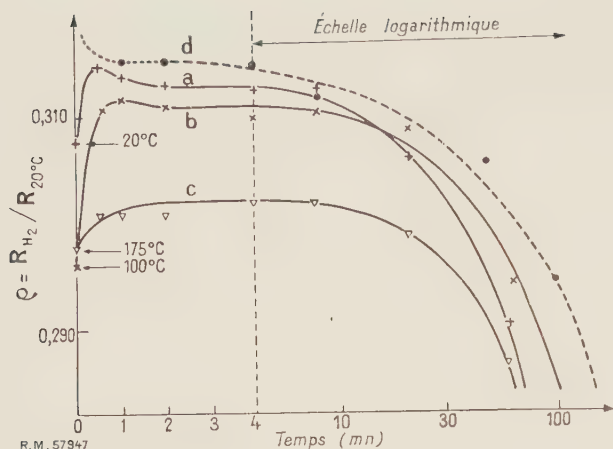
θ (° C)	Début du palier		Fin du palier		Maximum de dureté	
	t_1	ρ	t_2	ρ	t_3	ρ
57	2 340	0,301				
80	1 350	0,297				
100	1 140	0,297	23 000	0,285	500 jours	
153	230	0,298	550	0,292	13 000	0,240
175	72	0,310	138	0,298	3 000	0,200
205	18	0,316	27	0,308	500	0,180
250					38	0,260

phases alors que la résistivité électrique mesure globalement le phénomène. Les cinétiques obtenues par ces deux méthodes sont, de plus, différentes.

Par contre, nous pouvons comparer nos résultats aux mesures de dureté effectuées par Gayler et Parkhouse, la dureté exprimant aussi un effet global. Le tableau XI donne les temps t_1 , t_2 , t_3 définis sur la figure 25 et relatifs aux différentes phases de la dureté; nous avons reporté les valeurs de ρ correspondantes lues sur les courbes expérimentales des figures 28 et 29. Nous constatons qu'une légère diminution de ρ est liée à l'existence du palier de dureté, entre t_1 et t_2 . Des germes de θ'' apparaissent le long du palier (3), il est vraisemblable que cette diminution de ρ est due au début de la précipitation de la phase θ'' .

Le maximum de dureté, au temps t_3 , correspond à la fin de la précipitation de θ'' ; au-delà, cette phase commence à disparaître. La résistivité est alors comprise entre 0,250 et 0,200. Cette valeur correspondrait-elle à l'influence de la phase θ' ? D'après les données de Gayler, il faudrait poursuivre le revenu à 100° C jusque vers deux ans, afin de se trouver au maximum de dureté; à cette température il est probable que la quantité de θ' présent au temps t_3 est faible et on peut espérer, dans ces conditions, ne mesurer que la seule influence de la phase θ'' sur la résistivité. L'extrapolation à 100° C de la courbe de la figure 31 est hasardeuse, puisque nous manquons de données entre 100 et 150° C; si elle est valable, on peut calculer qu'il faudrait prolonger le vieillissement de deux à six ans pour que ρ atteigne la valeur 0,250 au cours d'un revenu à 100° C; le revenu devrait durer de soixante à six cents ans si l'on voulait que ρ soit égal à 0,200.

Ces chiffres bien qu'imprécis, montrent que la phase θ'' a vraisemblablement une influence sur la résistivité électrique. Il doit y avoir analogie avec les précipités



R.M. 57947

Fig. 32. — Etude du phénomène de réversion. Après vieillissements préliminaires de deux mois à 20° C, 24 h à 100° C et 2 h à 175° C, la précipitation est étudiée à 206° C. La courbe en pointillés représente l'évolution de ρ à 206° C directement après trempe à l'eau.

que nous observons au cours du vieillissement vers 70° C de la solution solide fer-carbone.

Enfin, remarquons que la limite vers laquelle on tend après un recuit très long à 205° C, soit $\rho = 0,050$, est supérieure à la valeur $\rho = 0,017$ que l'on peut déduire de la courbe d'étalonnage (fig. 26) à partir de la solubilité à cette température. Il est possible que les précipités de θ' qui sont cohérents par rapport à la matrice aient également une influence sur la résistivité électrique qui expliquerait cette différence faible entre les deux valeurs de ρ observées. A 300° C, où apparaît déjà la phase θ non cohérente, la différence devient négligeable.

2) Etude du phénomène de réversion.

Lorsque le duralumin, vieilli à l'ambiante, est porté pendant quelques minutes à une température voisine de 200°, on constate que le durcissement disparaît complètement; c'est le phénomène de réversion. Au cours d'un vieillissement ultérieur, l'alliage recommence à durcir, mais beaucoup plus lentement qu'après trempe. Le même phénomène se produit avec l'alliage binaire Al-Cu 4 % préparé à partir de métaux purs.

a) Définition du traitement de réversion

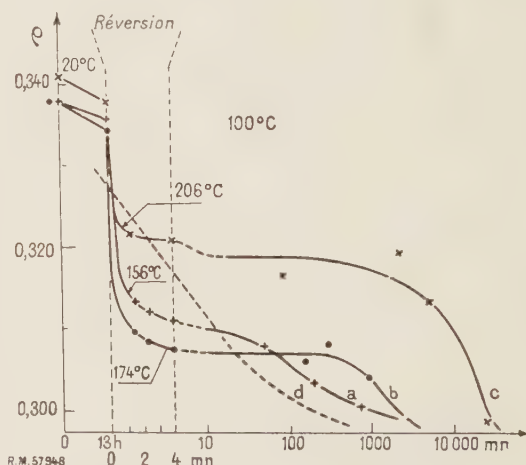
Dans une étude préliminaire nous avons fait subir à des échantillons trempés à l'eau depuis 530° C des vieillissements préliminaires déterminés, 2 mois à 20° C, 24 h à 100° C et 2 h à 175° C. La valeur du rapport de résistivités est alors respectivement de 0,308, 0,297 et 0,298₅; dans ces conditions, il ne s'est formé que des zones de Guinier-Preston, tout au moins pour les échantillons vieillis à 20 et 100° C. Ensuite, la précipitation est étudiée à 206° C (fig. 32). Au début, la

résistivité électrique augmente nettement et nous obtenons pour les trois échantillons considérés; 0,315, 0,312 et 0,302₅. Puis nous retrouvons l'allure générale de l'évolution de ρ lorsque la précipitation est étudiée directement à 206° C après trempe à l'eau sans vieillissement intermédiaire (courbe en pointillés).

L'augmentation initiale de la résistivité a déjà été observée dans le cas de la solution solide fer-carbone (fig. 19) dans des conditions analogues. Elle indique une redissolution de la phase préalablement précipitée. Guinier a montré que la réversion de la solution solide Al-Cu se traduit par la disparition des traînées caractéristiques des zones GP; il y aurait donc redissolution des amas de cuivre formés avant le traitement de réversion, en accord avec les idées de Konobecki (14). C'est effectivement ce que nous vérifions par mesure de la résistivité électrique aux très basses températures.

Dans le cas de l'échantillon vieilli initialement à 175° C, l'augmentation de ρ est peu importante. Si l'on se reporte à la figure 28, nous voyons qu'après 2 h à 175° C, la résistivité a déjà nettement diminué par rapport au palier qui apparaît pour cette température, et qu'ainsi une quantité certainement notable de θ'' s'est déjà formée. Dans ces conditions, la redissolution doit être moins sensible, le traitement ultérieur à 206° C ayant essentiellement pour effet d'accélérer la précipitation de θ'' ; en effet, avec cet échantillon, la résistivité varie plus vite qu'après vieillissement direct à 206° C (fig. 22).

Saulnier (15) a établi que le traitement optimum pour obtenir la réversion est un chauffage de 4 mn à 205° C. Ce temps coïncide avec le milieu du palier des courbes de la figure 32, la résistivité ne commençant à baisser de façon mesurable qu'au-delà de 8 mn. Le traitement de réversion défini par Saulnier correspond donc probablement à l'instant où toutes les zones de GP sont dissoutes et où θ'' n'a pas commencé encore à précipiter.



R.M. 57948

Fig. 33. — Etude de la précipitation à 100° C après réversion. Les échantillons trempés à l'eau depuis 530° C sont vieillis 13 h à 20° C puis 4 mn à 156° C (a), 174° C (b) et 206° C (c). La courbe d, en pointillés, représente l'évolution à 100° C, aussitôt après trempe à l'eau.

b) Étude du vieillissement à 100° C après le traitement de réversion

Des éprouvettes préalablement vieilles 13 h à l'ambiante après trempe à l'eau sont portées 4 mn à 156, 174 et 206° C, puis étudiées à 100° C (fig. 33) : l'évolution de la résistivité électrique est beaucoup plus lente après réversion qu'après un vieillissement direct à 100° C dans réversion. Puisque dans le domaine de résistivité considéré ($\rho > 0,300$), la diminution doit être attribuée à la formation des zones G P, nos mesures montrent bien que la réapparition de ces zones est lente après réversion.

Au cours du vieillissement à 100° C après réversion, nous constatons que la résistivité commence d'abord à augmenter légèrement (fig. 34) ; cette augmentation représente 3,5 % de la résistivité et est supérieure aux erreurs

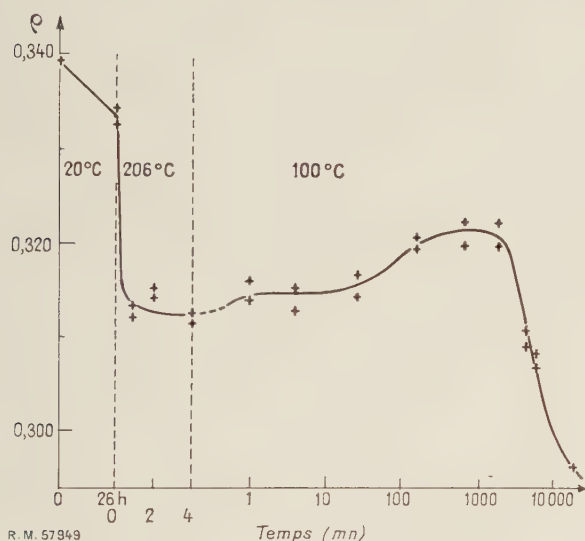


Fig. 34. — Etude de la précipitation à 100° C après réversion.

expérimentales (sur la figure 34, nous avons porté pour chaque mesure les valeurs extrêmes déterminées pour ρ) ; elle pourrait être due aux déformations locales créées lors de la formation des zones (16). Nous remarquerons que dans nos expériences, l'augmentation de résistivité observée au début de la formation des zones G P est plus importante dans le cas du métal réverti que dans le cas du métal trempé, en liaison probablement avec l'état de perfection du réseau (17).

c) Conclusions

La méthode de mesure de la résistivité électrique aux très basses températures apparaît donc comme très sensible pour étudier le phénomène de réversion. Elle confirme les résultats antérieurs et montre de plus, de manière quantitative que l'état réverti n'est pas tout à

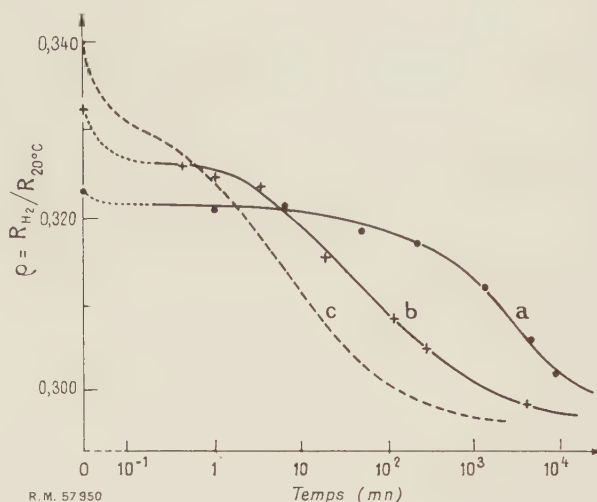


Fig. 35. — Influence de la vitesse de trempe sur la variation de $\rho = R_{H_2}/R_{20^\circ C}$ au cours d'un vieillissement à 100° C :

a et b : après trempe à l'air ;
c : après trempe à l'eau.

fait identique à l'état obtenu après trempe à l'eau ; alors qu'après trempe à l'eau ρ est égal à 0,340 le rapport des résistivités que l'on mesure après le traitement de réversion de quatre minutes à 260° C n'est plus que de 0,313 environ (fig. 34).

Lorsque le traitement de réversion est effectué à 156 et 175° C, la précipitation ultérieure à 100° C est également plus lente (fig. 33) à ces températures, il doit également y avoir réversion partielle ; quoique les valeurs de résistivité ρ suggèrent que pendant le traitement considéré, une partie des zones G P formées à l'ambiante ont dû se développer.

Cette étude du phénomène de réversion permet peut-être d'expliquer la variation avec la température de vieillissement, de la position du palier observé sur la figure 28. L'ordonnée du palier pour 201° C (fig. 28) est sensiblement égale à la valeur de la résistivité obtenue après réversion de l'échantillon vieilli deux mois à 20° C (fig. 32). Ainsi pour les températures de vieillissement supérieures à 150° C, l'état intermédiaire que nous décelons par mesure de la résistivité, est probablement identique à un état réverti ; et c'est pour cette raison que Graf (3) observe à 200° C la précipitation directe de θ' sans formation intermédiaire de zones de Guinier-Preston.

B. — ÉTUDE DE LA PRÉCIPITATION APRÈS TREMPÉ A L'AIR

Le mécanisme de la formation des zones Guinier-Preston faisant intervenir les lacunes, il était intéressant d'étudier la précipitation après une trempe à l'air qui maintient en sursaturation une quantité moins grande de lacunes.

Les courbes *a* et *b* de la figure 35 représentent les résultats expérimentaux obtenus au cours d'un vieillissement à 100° C pour deux vitesses de trempe différentes. Les deux échantillons correspondants sont recuits à 530° C dans un four à moufle, sortis aussi rapidement que possible, puis abandonnés à l'air libre deux secondes (courbe *b*) ou sept secondes (courbe *a*) (*) avant d'être plongés dans l'air liquide. La trempe est donc plus douce dans le cas de l'échantillon relatif à la courbe *a* et l'évolution de ρ est beaucoup plus lent. La courbe *c* indique l'évolution obtenue après une trempe à l'eau.

L'évolution ultérieure de la résistivité, lorsque ρ est inférieur à 0,300 est indépendante de la vitesse de trempe. Ainsi la concentration des lacunes maintenues en sursaturation par trempe n'a d'influence que sur la formation des zones de Guinier-Preston, responsables de la diminution de résistivité entre 0,340 et 0,300.

Toutes les lacunes ne sont cependant pas éliminées au cours de la formation de ces zones. En effet, la chaleur d'activation déterminée pour la deuxième phase de l'évolution de la résistivité (fig. 31) est encore très nettement supérieure à celle de la diffusion du cuivre dans l'aluminium; elle se rapprocherait de la chaleur d'activation pour la mobilité des lacunes. Or, le coefficient de diffusion à la température *T* est déterminé par :

$$D = D_0 \left[\exp \left(- \frac{Q_f}{RT} \right) + C \right] \exp \left(- \frac{Q_m}{RT} \right)$$

C. — CONCLUSIONS

Les quelques expériences qui ont été exposées dans ce chapitre montrent que la mesure de la résistivité électrique à la température de l'hydrogène liquide est intéressante pour étudier le durcissement structural des alliages Al-Cu.

Pour toutes les températures de précipitation considérées, jusqu'à 300° C, nous avons observé une évolution discontinue de la résistivité électrique.

Les phases qui apparaissent au cours du revenu d'une solution solide Al-Cu ont une influence importante sur la résistivité électrique. Si nous l'avons nettement montré dans le cas des zones de Guinier-Preston, nous n'avons

où Q_f et Q_m sont les chaleurs d'activation pour la formation et la mobilité des lacunes et *C* est la sursaturation en lacune. Puisque la valeur expérimentale de Q est voisine de $-Q_m$, c'est que la sursaturation *C* est très nettement supérieure à la concentration de lacunes en équilibre thermique : $\exp (-Q_f/RT)$.

Lorsque la phase θ' précipite, l'évolution du rapport des résistivités étant pratiquement la même après l'un des trois traitements suivants : formation des zones G.P., trempe à l'air ou état réverti, il est vraisemblable que ces trois traitements conduisent à un même sursaturation en lacunes.

Remarquons enfin que la résistivité initiale portée sur la figure 35 varie avec la vitesse de trempe. Si la différence observée entre la trempe à l'eau (courbe *c*) et la trempe à l'air la plus douce (courbe *a*) est attribuée aux lacunes, il est possible de déterminer la concentration des lacunes qui se sont éliminées au cours de la trempe à l'air, puisqu'on connaît l'influence de ces défauts sur la résistivité (9). On trouverait ainsi entre 5 et $10 \cdot 10^{-4}$ lacunes par atome de solvant, soit une valeur dix fois plus élevée que l'estimation de Winterberger dans le cas de la trempe à l'eau d'un aluminium pur. Mais la précipitation des lacunes est accompagnée d'une ségrégation d'atomes de cuivre, ce qui explique une grande partie de la diminution de la résistivité électrique.

fait que l'entrevoir pour la phase θ'' , puisqu'aux températures étudiées, θ' apparaît simultanément. Une étude entre 100 et 150° C — qui devrait être prolongée pendant de nombreuses années — serait nécessaire pour établir l'influence de la phase θ'' .

La méthode utilisée permet par ailleurs une étude quantitative du phénomène de réversion.

Nos résultats expérimentaux montrent l'analogie entre la précipitation du carbone dans le fer α et le durcissement structural quant aux propriétés mécaniques et électriques.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) M. L. V. GAYLER et PARKHOUSE. — *J. Inst. Metals*, **66** (1940), 67-84.
- (2) J. M. SILCOCK, T. J. HEAL et H. K. HARDY. — *J. Inst. Metals*, **82** (1953-54), 239.

(*) Si l'on prolonge au-delà de 7 secondes la durée du maintien à l'air libre, les résultats sont identiques à ceux obtenus pour 7 secondes.

- H. K. HARDY et T. J. HEAL. — *Progress in Metal Physics*, **5** (1954), Pergamon Press London.
- (3) R. GRAF. — Thèse, Paris (1955), Publications du Ministère de l'Air.
- (4) A. GUINIER. — *Ann. de Phys.*, **12** (1939), 161.
- (5) L. F. MONDOLFO. — *Metallography of Al-Alloys* (1943), 16.
- (6) G. BORELIUS, J. ANDERSON et K. GULLBERG. — *Ing. Vetensk. Akad. Handl.*, **169** (1943), 14.

ÉTUDE DE LA DISCONTINUITÉ A LA LIMITE ÉLASTIQUE DES FERS DE HAUTE PURETÉ

- (7) W. PITSCH. — *Acta Met.*, **3** (1955), 542.
- (8) W. de SORBO, H. N. TREAFTIS et D. TURNBULL. — *Acta Met.*, **6** (1958), 401.
- (9) M. WINTENBERGER. — Thèse Paris (1958).
M. WINTENBERGER. — *C. R. Acad. Sci. France*, **244** (1957), 2800.
- (10) O. DIMITROV. — *C. R. Acad. Sci. France*, **247** (1958), 2355.
- (11) R. GRAF. — *C. R.*, **246** (1958), 1544.
- (12) R. GRAF et A. GUINIER. — Colloque sur la diffusion à l'état solide, Saclay (1958). (A paraître aux Presses Universitaires, Paris.)
- (13) C. PANSERI, F. GATTO et T. FEDERIGHI. — *Acta Met.*, **6** (1958), 198.
- (14) S. T. KONOBEEVSKI. — *J. Inst. Metals*, **69** (1943), 397.
- (15) A. SAULNIER. — *Rev. Aluminium*, **26** (1949), 235.
- (16) M. E. FINE. — *Acta Met.*, **7** (1959), 258.
- (17) A. GUINIER. — L'Etat solide, 9^e conseil de Physique Solvay Stoops Ed. Bruxelles, (1951).

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Trois facteurs sont déterminants en ce qui concerne l'existence d'une discontinuité à la limite élastique d'éprouvettes de traction de fer de haute pureté; ce sont le traitement thermique et l'écrouissage préalables, puis le vieillissement ultérieur. Si les éprouvettes sont refroidies lentement au four, depuis 850° C, la discontinuité n'apparaît pas, quels que soient l'écrouissage et le vieillissement qu'elles ont subi avant d'être tractionnées. Par contre, après une trempe à l'eau depuis une température suffisante pour mettre en solution solide tout le carbone, il est possible de distinguer une limite élastique supérieure et une limite élastique inférieure; toutefois ce phénomène n'est particulièrement net que lorsque les éprouvettes trempées sont écrouies puis vieilles avant d'être tractionnées. Ce résultat montre qu'il n'est pas nécessaire d'introduire dans le fer une quantité notable et souvent non contrôlée de carbone pour qu'apparaisse une baisse de charge à la limite élastique; il permet de plus de vérifier l'hypothèse de Cottrell selon laquelle les 10 p.p.m. de carbone que contient le fer très pur suffisent pour assurer les dislocations introduites par écrouissage.

Des mesures de frottement intérieur et de résistivité électrique confirment qu'il n'y a ségrégation de carbone aux dislocations que dans les conditions précédentes : trempe, écrouissage et vieillissement.

L'amplitude de la discontinuité à la limite élastique dépend de la pureté du fer. Les résultats montrent que, pour une même quantité de carbone en sursaturation dans le fer α , cette amplitude est plus importante avec le fer le plus pur, préparé par zone fondue. Une interprétation a été proposée, en considérant le mécanisme de libération des dislocations de leurs nuages de Cottrell, au cours de la baisse de charge.

Lorsque le fer contient une quantité importante de carbone — de l'ordre de 200 p.p.m. — un autre phénomène apparaît, après la trempe à l'eau et l'écrouissage, la précipitation du carbone probablement sous forme de carbone ϵ . L'étude de l'évolution des propriétés mécaniques et de la résistivité électrique mesurée à la température de l'hydrogène liquide montre que la précipitation du carbone à partir d'une solution solide sursaturée de fer α n'est pas continue : deux stades ont été mis en évidence. Au cours d'un vieillissement vers 70° C seul le premier stade est observé; le durcissement, tel que nous l'avons défini, et la diminution de la résistivité sont proportionnels à la quantité de carbone qui précipite de la solution solide; toutefois, l'examen au microscope électronique, à des grossissements allant jusqu'à 50 000 ne révèle aucun précipité. Le deuxième stade, qui apparaît nettement lorsque la température de vieillissement est supérieure à 100° C, est beaucoup plus lent; il est attribué à une coalescence des précipités fins, submicroscopiques, formés au cours du premier stade; des précipités sont en effet visibles au microscope électronique.

La méthode de mesure de la résistivité électrique aux très basses températures a également été appliquée à l'étude de la précipitation discontinue du cuivre dans un alliage Al-4 % Cu. Les phases intermédiaires, zones de Guinier-Preston et θ'' , ont une influence importante sur la résistivité; en particulier un palier apparaît dans l'évolution de la résistivité et il correspond à la fin de la formation des zones G. P. Le phénomène de réversion et l'influence de la vitesse de trempe ont été étudiés; les mesures de résistivité électrique indiquent que l'état obtenu après trempe à l'air est sensiblement identique à l'état réverti.

TABLE DES MATIÈRES

	Pages		Pages
Introduction.	7	1° Vieillissement aux températures inférieures à 100° C.	17
 CHAPITRE PREMIER		a) Influence du temps et de la température de vieillissement.	17
 INFLUENCE DE LA PURETÉ DU FER		b) Influence de la quantité de carbone qui précipite sur le durcissement maximal $\Delta\sigma$	18
SUR LA DISCONTINUITÉ A LA LIMITE ÉLASTIQUE		2° Vieillissement aux températures supérieures à 100° C.	18
OBSERVÉE SUR LES COURBES DE TRACTION		 B) ÉTUDE DE LA PRÉCIPITATION DU CARBONE PAR MESURE DE LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE AUX TRÈS BASSES TEMPÉRATURES.	19
A) INTRODUCTION.	9	Méthode de mesure.	19
B) ÉTUDE DU FER DE ZONE FONDUE ET DU FER PUR ÉLECTROLYTIQUE.	10	Influence du carbone dissous.	19
Préparation des éprouvettes.	10	1° Étude de la précipitation du carbone à 67° C.	20
1° Influence du traitement thermique préalable sur l'existence de la discontinuité à la limite élastique.	11	a) Après trempe depuis 720° C.	20
a) Cas du refroidissement lent.	11	b) Étude cinétique de l'évolution du rapport des résistivités.	21
b) Cas de la trempe à l'eau.	11	c) Influence de la quantité de carbone précipité sur la résistivité finale.	22
c) Expériences complémentaires.	12	2° Étude de la précipitation du carbone aux températures supérieures à 100° C	22
d) Etude cinétique de l'apparition de la discontinuité.	13	a) Évolution de la résistivité à une température supérieure à 100° C, après un vieillissement préalable à 67° C.	23
2° Mesures du frottement intérieur et de la résistivité électrique à 20° K.	14	b) Étude de la précipitation à des températures supérieures à 100° C aussitôt après la trempe depuis 720° C.	24
3° Influence de la pureté du fer sur l'amplitude de la discontinuité à la limite élastique.	15	C) ÉTUDE AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE.	24
Bibliographie.	16	D) DISCUSSION DES RÉSULTATS ET CONCLUSIONS.	25
 CHAPITRE II		Bibliographie.	27
 ÉTUDE CINÉTIQUE DU VIEILLISSEMENT			
APRÈS TREMPÉ DU FER PUR			
A) ÉTUDE DE LA PRÉCIPITATION DU CARBONE A L'AIDE DES COURBES DE TRACTION.	17		
Préparation des éprouvettes.	17		

	Pages		Pages
CHAPITRE III		2) Étude du phénomène de réversion.....	32
APPLICATION DE LA MÉTHODE DE MESURE		a) Définition du traitement de réversion.....	32
DE RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE A L'ÉTUDE		b) Étude du vieillissement à 100° C après le traitement de	33
DE LA PRÉCIPITATION		réversion.	33
DANS L'ALLIAGE Al-Cu A 4 % DE CUIVRE		c) Conclusions.	33
Conditions opératoires.	28	B) ÉTUDE DE LA PRÉCIPITATION APRÈS	
A) PRÉCIPITATION APRÈS TREMPÉ A L'EAU..	29	TREMPÉ A L'AIR.....	33
1) Influence de la température de vieillissement.....	30	C) CONCLUSIONS.....	34
a) Résultats expérimentaux.	30	Bibliographie.	34
b) Interprétation des résultats.....	30	CONCLUSIONS GÉNÉRALES.....	36

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

LES PHÉNOMÈNES DE RUPTURE FRAGILE DANS LE FER

Vu et approuvé :

Paris, le 6 Janvier 1960

Le Doyen de la Faculté des Sciences,
J. PÉRÈS

Vu

ET PERMIS D'IMPRIMER

Le Recteur de l'Académie de Paris,
JEAN SARRAILH

ÉDITÉE PAR
LA REVUE DE MÉTALLURGIE
25, RUE DE CLICHY
PARIS IX^e

